



**Plasticité d'alliages nanorenforcés pour le gainage combustible des réacteurs de 4ème génération : compréhension et modélisation de l'influence des différents paramètres microstructuraux sur le comportement d'alliages modèles**

Mickaël Dade

► **To cite this version:**

Mickaël Dade. Plasticité d'alliages nanorenforcés pour le gainage combustible des réacteurs de 4ème génération : compréhension et modélisation de l'influence des différents paramètres microstructuraux sur le comportement d'alliages modèles. Matériaux. Université Grenoble Alpes, 2015. Français. NNT : 2015GREAI102 . tel-01285682

**HAL Id: tel-01285682**

**<https://theses.hal.science/tel-01285682>**

Submitted on 9 Mar 2016

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## THÈSE

Pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES**

Spécialité : **Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

**Mickaël DADE**

Thèse dirigée par **Alexis DESCHAMPS** et encadrée par **Joël MALAPLATE** et **Jérôme GARNIER**

préparée au sein du **Laboratoire d'Analyse Microstructurale des matériaux du CEA Saclay**

dans le cadre de l'**École Doctorale Ingénierie – Matériaux, Mécanique, Environnement, Energétique, Procédés, Production**

## **Plasticité d'alliages nanorenforcés pour le gainage combustible des réacteurs de 4ème génération : Compréhension et modélisation de l'influence des différents paramètres microstructuraux sur le comportement d'alliages modèles.**

Thèse soutenue le « **14 décembre 2015** », devant le jury composé de :

**Mme. Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON**

Professeur, Mines ParisTech, Présidente

**Mr. Damien FABREGUE**

Professeur, MATEIS INSA Lyon, Rapporteur

**Mr. Bernard VIGUIER**

Professeur, ENSIACET-CIRIMAT, Rapporteur

**Mr. Joël MALAPLATE**

Ingénieur de recherche, CEA, Encadrant

**Mr. Jérôme GARNIER**

Ingénieur de recherche, CEA, Co-Encadrant

**Mr. Alexis DESCHAMPS**

Professeur, Université Grenoble Alpes SIMaP, Directeur de thèse





## Résumé

Les aciers renforcés par une dispersion d'oxydes nanométriques (ODS : Oxide Dispersion Strengthened) sont connus pour leur bonne tenue en fluage à haute température et pour leur bonne résistance au gonflement sous irradiation. Ils sont envisagés comme matériaux potentiels pour le gainage combustible des réacteurs de quatrième génération (Réacteur à Neutrons Rapides refroidis au Sodium). Les aciers ferritiques ODS, généralement élaborés par filage à chaud, possèdent une microstructure complexe (texture morphologique et cristallographique, fine précipitation, forte densité de dislocations, différentes tailles de grains) rendant la compréhension de la relation entre la microstructure et les propriétés mécaniques délicate. Le travail de cette thèse a consisté à caractériser et à modéliser l'effet des différents composants de la microstructure sur le comportement mécanique d'aciers ferritiques Fe-14Cr ODS, ainsi que d'affiner la compréhension de leurs mécanismes de déformation. Pour cela, des matériaux modèles ont été élaborés par compaction isostatique à chaud puis caractérisés, dans lesquels les différents paramètres microstructuraux ont été variés de manière contrôlée. Leur microstructure a été déterminée à l'aide de diverses techniques de caractérisation avancées (MEB-EBSD, MET, DXPA, microsonde de Castaing, ...). Ces différentes nuances ont été testées en traction sur une large gamme de température et en fluage à 650°C et 700°C. Les résultats ont mis en évidence l'effet de la taille et la fraction des oxydes, de la structure de grains, et de la présence du titane, et ont servi de base pour proposer une modélisation. Des essais de déformation *in situ* au MET ainsi que des essais de traction à chaud avec mesure des champs de déformation locaux ont permis de mettre en évidence une transition entre mouvement saccadé de dislocations à basse température, et mécanismes de déformation à chaud, intragranulaires (vieillissement dynamique, mouvement de dislocations continu) et intergranulaires. A haute température, un fort endommagement au niveau des joints de grain est observé.

**Mots clés : Acier ODS, Microstructure, Plasticité, Modèle de durcissement**

## Abstract

Oxide dispersion strengthened (ODS) ferritic steels are known for their good resistance both to high temperature creep and to swelling under irradiation. They are considered as potential materials for fuel cladding for the next generation of nuclear reactors (Sodium-cooled Fast Reactor). These materials, usually processed by hot extrusion, exhibit a complex microstructure (crystallographic and grain texture, nanometer precipitation, high dislocation density, poly-dispersed grain size), making it a real challenge to establish the microstructure / properties relationships. This thesis has aimed at characterizing and modeling the effect of the different components of the microstructure on the mechanical properties of ferritic Fe-14Cr ODS steels, as well as to improve the understanding of their deformation mechanisms. For this purpose, model materials have been elaborated by hot isostatic pressing and characterized, where the different microstructural parameters have been varied in a controlled manner. Their microstructure has been determined using a set of advanced characterization techniques (SEM-EBSD, TEM, SAXS, EPMA ...). These different materials have been tensile tested over a wide temperature range and creep tested at 650 and 700°C. The results have evidenced the effect of the size and fraction of oxide particles, of the grain size and of the presence of Ti, and have made it possible to model the mechanical behavior. In-situ tensile tests in the SEM, as well as strain field measurements during high temperature testing, have evidenced a transition between a jerky movement of dislocations at low temperature and the high temperature mechanisms, whether intra-granular (dynamic strain ageing, continuous dislocation movement) or inter-granular. At high temperature, severe damage is observed at the grain boundaries.

**Keywords: ODS steel, Microstructure, Plasticity, Hardening model**





*« La théorie c'est quand on sait tout et que rien ne fonctionne.  
La pratique, c'est quand tout fonctionne et que personne ne sait pourquoi. »*

*« La vie, c'est comme une bicyclette, il faut avancer pour garder l'équilibre. »*  
*Albert Einstein*



# Remerciements

Ces travaux de thèse ont été effectués dans le Département des Matériaux pour le Nucléaire (DMN), au sein du Service de Recherches Métallurgiques Appliquées (SRMA), du Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives de Saclay. Ainsi je remercie Pascal Yvon, chef du DMN et Philippe Chapelot, chef du SRMA, de m'avoir permis de réaliser cette étude au sein de leurs équipes. Je remercie également Jean Luc Béchade de m'avoir accueilli, pendant plus de 3 ans, dans son Laboratoire d'Analyse Microstructurale des Matériaux (LA2M) mais aussi de s'être intéressé à mes travaux.

Je tiens à remercier Anne-François Gourgues Lorenzon (professeur à l'école des Mines ParisTech) d'avoir accepté d'être présidente du jury. Je remercie plus particulièrement Damien Fabrégue (professeur à l'INSA Lyon) et Bernard Viguier (professeur à l'ENSIACET, Toulouse) d'avoir pris le temps d'examiner ces travaux de thèse.

Un grand merci à Alexis Deschamps, professeur à l'université Grenoble-Alpes, d'avoir supervisé ce travail durant ces trois années. L'intérêt porté sur les travaux ainsi que son implication ont permis de mener à bien cette étude.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à Joël Malaplate et Jérôme Garnier, mes encadrants CEA, qui m'ont épaulé pendant ces trois années de thèse et ont su me faire confiance dès le début. Cette étude n'aurait pas été aussi enrichissante sans le regard curieux et étonné que vous avez porté sur chaque résultat. Je tiens à leur exprimer tout mon respect et à leur assurer de mon amitié.

Je tiens à remercier Frederic De Gueuser, chargé de recherche au laboratoire de Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés (SIMaP, Grenoble), pour les nombreuses mesures de Diffusion des rayons X aux Petits Angles. Je tenais également à remercier Gilles Renou, ingénieur microscopiste du laboratoire SIMaP, pour les observations en MET-ACOM et en HAADF. Merci à Frédéric Sanchette, professeur à l'Université Technologique de Troyes, pour les dépôts d'or et de chrome. Je tenais également à remercier Frédéric Mompiau et Daniel Caillard, chargés de recherche au Centre d'Elaboration de Matériaux et d'Etudes Structurales (CEMES, Toulouse), pour les expériences de déformation *in situ* dans un MET.

Je souhaite également remercier les techniciens et ingénieurs du SRMA qui ont contribué à l'étude. Côté LA2M, je remercie vivement :

- Benoit Arnal pour les préparations d'échantillons par FIB.
- Françoise Barcelo de m'avoir formé sur le MEB mais surtout pour les innombrables analyses EBSD.
- Jean Christophe Brachet pour nos discussions scientifiques, et parfois même non scientifiques.
- France Dalle pour les analyses de pointes SAT.
- Liliane Dumets pour tous les dossiers administratifs gérés avec brio.

- Thomas Guilbert pour les traitements thermiques, que ce soient sous vide ou sous air, mais aussi pour m'avoir initié aux mesures de dilatométrie et de calorimétrie. Merci également pour les discussions scientifiques que nous avons eu durant ces trois années.
- Didier Hamon pour les différentes analyses réalisées à la microsonde de Castaing mais aussi pour sa bonne humeur quotidienne.
- Véronique Rabeau et Elodie Rouesne de m'avoir formé sur la préparation d'échantillons par polissage.
- Justine Roubaud et Jean Luc Béchade pour les nombreuses mesures de texture.
- Stéphane Urvoy pour m'avoir formé sur la microdureté mais aussi pour les analyses par nanoindentation.
- Caroline Toffolon pour les coupes isoplèthes estimées via le logiciel Thermo-Calc.
- Les microscopistes Jean Henry, Sylvie Doriot, Alexandra Renault-Laborne et plus particulièrement Joël Ribis et Fabien Onimus pour les nombreuses discussions scientifiques que nous avons eu.

Du côté du Laboratoire de Technologies des Matériaux Extrêmes (LTMEX), je tiens à remercier le chef du laboratoire Laurent Chaffron, Nicolas Lochet pour les nombreux traitements thermiques et pour la consolidation de nuances par compaction à chaud, Denis Sornin et Pierre François Giroux pour les discussions au sujet des ODS et Didier Bossu pour les dépôts de tungstène.

Enfin coté LC2M (Laboratoire d'étude du Comportement Mécanique des Matériaux), je tiens à remercier Laetitia Nicolas, Pierre Wident, Jean Luc Flament, Louis Ziolek, Agathe Chauvin, Jean Philippe Bonthonneau, Nicolas Boudier, Sébastien Vincent, Christel Caes et Florent Lefebvre pour tous les essais mécaniques (traction, fluage ou encore compression) et les mesures de striction réalisés au cours de ces 3 ans. Je remercie également Laurent Dupuy de m'avoir initié à la dynamique des dislocations même si ces études numériques ont rapidement été abandonnées et Tien Nguyen pour les plans d'éprouvettes et de prélèvements.

Merci aussi aux collègues des autres services et départements du CEA qui ont participé à ce travail : Sylvie Poissonnet et Patrick Bonnaillie, du Service de Recherche en Métallurgie Physique (SRMP) ; Grégory Pérez et Ivan Tournié du Laboratoire d'Intégrité des Structures et des Normalisations (LISN), Anabelle Lopez et Kimberly Colas du Service d'Etudes des Matériaux Irradiés (SEMI) et Marie Hélène Mathon du Laboratoire Léon Brillouin.

Enfin, un grand merci à toutes les (ex-) doctorantes, Yiting Cui, Nesrine Gharbi, Emilie Jouanny, Emma Piozin, Isabelle Turque, Clémence Lacroix, et Alexia Wu et à tous les (ex-)doctorants, Xavier Boulnat, Gilles Demange, Sylvain Depinoy, Benjamin Hary, Nicolas Hervé, Abdellatif Karch, Pierre Lapouge, Bertrand Michaut, Vianney Motte, Baptiste Rouxel, Hubert Salmon-Legagneur, Marc-Antoine Thual pour leur compagnie, leur amitié, et pour le temps passé ensemble au travail. Je n'oublie pas mes collègues de bureau Camille Flament et Olivier Tissot. Je remercie Rima Ameur, ma sympathique stagiaire, qui m'a permis de découvrir le rôle d'encadrant.

Merci aussi à la section de tennis de table de l'ASCEA pour la bonne humeur dégagée quotidiennement.

Pour finir, je tiens à remercier du fond du cœur ma famille et mes chers voisins d'appartement qui m'ont soutenu tout au long de ces trois années de thèse.

# Introduction

En vue d'optimiser les ressources en matériau fissile et si possible aussi de minimiser les déchets radioactifs (produits de fission), une nouvelle génération de réacteurs nucléaires est en cours de développement. Dans le cadre du développement de cette quatrième génération de réacteurs nucléaires à fission, l'option privilégiée par la France et le Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives (CEA) est le concept de réacteur à neutrons rapides refroidi au sodium (RNR-Na). Le RNR-Na est un réacteur à cycle fermé permettant le recyclage des actinides et la régénération de plutonium, garantissant ainsi une durée de fonctionnement plus longue sans intervention. De nombreuses études ont été lancées afin de proposer un nouveau matériau pour le gainage du combustible adapté à ce type de réacteur. Ce dernier doit être capable de répondre à un cahier des charges assez sévère : il devra en particulier présenter une bonne tenue en fluage à haute température et une bonne résistance au gonflement sous irradiation pour de forts taux de combustion. Les aciers ferritiques/martensitiques renforcés par une dispersion d'oxydes nanométriques (Oxide Dispersion Strengthened « ODS ») semblent correspondre aux attentes et sont donc pressentis comme matériau de gainage. Le CEA, en partenariat avec EDF et AREVA, a lancé un vaste programme de recherche sur le thème des aciers ODS. Ces études, qui s'étendent de la synthèse de la poudre de base jusqu'à l'obtention du gainage, sont réalisées sur différentes nuances à base Fe-Cr renforcées par des oxydes nanométriques.

Les aciers ferritiques renforcés par une dispersion homogène d'oxydes d'yttrium nanométriques présentent une grande stabilité sous irradiation, même pour des doses atteignant les 150 dpa (déplacement par atomes), et de bonnes propriétés mécaniques à haute température. En vue de les utiliser, il est nécessaire de mieux connaître le comportement de ces matériaux et en particulier d'affiner la compréhension des mécanismes de déformation/plasticité sous-jacents. Or, les nombreuses études montrent que les ODS consolidés par filage - principale voie actuellement envisagée pour leur mise en forme - possèdent une microstructure complexe : texture morphologique et cristallographique très prononcée pour les matériaux à forte teneur en chrome (> 12%), fine précipitation, forte densité de dislocations, différentes tailles de grains. Cette microstructure rend la compréhension des mécanismes de plasticité ardue. En outre, à la vue de la diversité de cette microstructure, il apparaît que, pour optimiser les propriétés mécaniques de ces aciers ODS, il est important de comprendre et de pouvoir modéliser l'impact des différentes contributions sur le comportement mécanique.

Ainsi, le travail de cette thèse consiste à affiner la compréhension des mécanismes de déformation et en particulier à évaluer le rôle de la microstructure sur le comportement d'aciers ferritiques à 14% de chrome renforcés par une fine dispersion d'oxydes. Cette analyse de la plasticité des aciers ODS passe par une étude paramétrique du rôle des différents constituants de la microstructure (effet du taux de renfort, effet de la taille de grain, effet de la chimie des précipités). Pour y parvenir, des matériaux dits « modèles » ont été élaborés afin de faire varier les différents paramètres microstructuraux de manière contrôlée, apportant ainsi une meilleure approche physique, en vue de faciliter la compréhension des mécanismes de déformation et en déduire l'impact sur les propriétés mécaniques. Ces matériaux modèles ont été majoritairement consolidés par compaction isostatique à chaud, plutôt que par filage afin de simplifier la microstructure de

départ en s'affranchissant de la texture morphologique et cristallographique résultante du filage. Une approche multi-échelle est utilisée dans le but de faire un lien entre la microstructure et les propriétés mécaniques des nuances élaborées.

Ce manuscrit est décomposé en six chapitres. La première partie constitue une revue générale sur les aciers ODS. Le contexte de développement des ODS ainsi que la voie de fabrication dédiée à ces matériaux y sont abordés. Un point sur les microstructures et les propriétés mécaniques observées selon le mode de consolidation y est également proposé. Enfin, des généralités sur les mécanismes de plasticité sont données. Dans le deuxième chapitre sont présentées les différentes nuances élaborées durant la thèse, ainsi que les différentes techniques de caractérisation qui ont été utilisées, qu'elles soient mécaniques ou microstructurales. Le troisième chapitre décrit la microstructure des différentes nuances étudiées. L'influence des différents paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques en traction et en fluage est discutée dans le chapitre suivant. Le cinquième chapitre porte sur la compréhension des mécanismes de déformation. Cette partie s'appuie plus particulièrement sur l'observation de la déformation par des essais de traction sur éprouvettes avec dépôt de micro-grille ou en *in situ* dans un Microscope Electronique en Transmission (MET). Le dernier chapitre porte sur la modélisation. Un état de l'art sur la modélisation des mécanismes de durcissement est présenté en introduction de ce chapitre VI avant de discuter d'un modèle de durcissement cohérent avec les différents résultats mécaniques.

# Table des matières

<b>Remerciements</b> .....	<b>7</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>9</b>
<b>Table des matières</b> .....	<b>11</b>
<b>I. Synthèse bibliographique</b> .....	<b>17</b>
1. Le contexte nucléaire .....	17
2. Les voies d'élaboration des aciers ferritiques/martensitiques renforcés par une dispersion d'oxydes .....	19
2.1. La mécanosynthèse .....	19
2.2. La consolidation à chaud .....	20
2.2.1. L'extrusion à chaud .....	20
2.2.2. La compaction isostatique à chaud (CIC) .....	20
2.2.3. Le Spark Plasma Sintering (SPS) .....	20
3. Les principales nuances développées .....	20
4. Microstructures typiques .....	21
5. Propriétés mécaniques .....	24
5.1. Comportement en traction .....	24
5.2. Comportement en fluage .....	25
5.2.1. Généralités .....	25
5.2.2. Le fluage d'un alliage ODS .....	26
6. Plasticité et mécanismes de déformation .....	27
6.1. Généralités sur la plasticité .....	27
6.2. Les mécanismes de durcissement à basse température .....	29
6.2.1. La friction de réseau .....	29
6.2.2. Le durcissement par solution solide .....	30
6.2.3. La contribution des joints de grain .....	30
6.2.4. Le durcissement par les dislocations .....	31
6.2.5. Le durcissement par précipitation .....	31
6.2.6. Modélisation de la limite d'élasticité .....	35
6.3. Les mécanismes de durcissement à haute température .....	35
7. Conclusion de la bibliographie .....	36
<b>II. Matériaux et Techniques expérimentales</b> .....	<b>37</b>
1. Les matériaux de l'étude .....	37
2. Les moyens de caractérisations microstructurales .....	38
2.1. La diffraction des rayons X .....	38
2.2. La microsonde de Castaing .....	39
2.3. La microscopie électronique à balayage couplée à l'EBSD .....	39
2.4. La microscopie électronique en transmission .....	40
2.5. La diffusion des rayons X aux petits angles .....	41
2.6. La dilatométrie et la calorimétrie .....	42



<b>3. Les moyens de caractérisation mécanique .....</b>	<b>43</b>
3.1. La dureté .....	43
3.2. Les essais de traction .....	45
3.3. Les essais de fluage .....	46
 <b>III. Elaboration et caractérisations microstructurales des différentes nuances modèles .....</b>	<b>47</b>
<b>1. Etat de l'art .....</b>	<b>47</b>
1.1. Rôle des différents éléments chimiques .....	47
1.1.1. <i>Le chrome</i> .....	47
1.1.2. <i>Le tungstène et le molybdène</i> .....	47
1.1.3. <i>L'yttrium</i> .....	48
1.1.4. <i>Le titane</i> .....	49
1.1.5. <i>L'oxygène</i> .....	49
1.1.6. <i>L'aluminium</i> .....	50
1.1.7. <i>Autres éléments d'addition</i> .....	51
1.2. Microstructure d'aciers ODS élaborés par Compaction Isostatique à Chaud (CIC) .....	51
1.3. Microstructure d'aciers ODS élaborés par filage .....	52
1.4. Etat de la précipitation .....	53
1.4.1. <i>L'apport de la précipitation</i> .....	53
1.4.2. <i>La nature des particules</i> .....	54
1.4.3. <i>Structure cristalline, cohérence et énergie interfaciale</i> .....	56
1.5. Evolution de la microstructure à haute température .....	58
1.5.1. <i>Stabilité thermique des précipités</i> .....	58
1.5.2. <i>Evolution de la taille de grain après traitements thermiques et thermomécaniques</i> .....	58
<b>2. L'élaboration des nuances d'études .....</b>	<b>60</b>
2.1. Nuances obtenues par consolidation par CIC .....	60
2.2. Nuances obtenues par traitements thermiques et thermomécaniques post consolidation .....	60
2.2.1. <i>Nuance à gros précipités</i> .....	60
2.2.2. <i>Nuance recristallisée</i> .....	61
<b>3. Les microstructures obtenues .....</b>	<b>61</b>
3.1. Composition chimique .....	61
3.2. Diagrammes de phase .....	62
3.3. Homogénéité chimique .....	67
3.4. Microstructure et distribution de la taille de grain .....	71
3.4.1. <i>Microstructure d'aciers ODS à base Fe-14Cr élaborés par CIC</i> .....	71
3.4.2. <i>Orientations cristallographiques et distribution de la taille de grain</i> .....	73
3.4.3. <i>Détermination de la densité de dislocations par la méthode des interceptes</i> .....	77
3.4.4. <i>Caractérisation de la précipitation</i> .....	78
<b>4. Synthèse et discussion .....</b>	<b>87</b>
4.1. Effet du Ti .....	89
4.2. Effet de l'ajout des renforts .....	92
4.3. Effet de la teneur en renforts .....	93
4.4. Effet de la taille de grain .....	93

4.5. Effet des traitements thermiques .....	94
4.6. Effet des traitements thermomécaniques .....	95

#### **IV. Influence des différents paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques ..... 99**

<b>1. Etat de l'art .....</b>	<b>99</b>
1.1. Propriétés des aciers ODS en traction .....	99
1.2. Propriétés des aciers ODS en fluage .....	100
1.3. Rupture et faciès associés .....	103
<b>2. Caractérisations mécaniques .....</b>	<b>105</b>
2.1. Dureté des nuances modèles .....	105
2.2. Comportement en traction des nuances de l'étude .....	106
2.2.1. <i>Influence de la vitesse de sollicitation</i> .....	106
2.2.2. <i>Influence de la température</i> .....	107
2.2.3. <i>Influence du sens de prélèvement</i> .....	108
2.2.4. <i>Influence du mode de consolidation</i> .....	109
2.2.5. <i>Influence des nano-renforts</i> .....	109
2.2.6. <i>Bilan des essais de traction pour l'ensemble des nuances</i> .....	110
2.3. Comportement en fluage des nuances de l'étude .....	115
2.3.1. <i>Evolution de l'allongement à rupture</i> .....	117
2.3.2. <i>Evolution du temps à rupture</i> .....	117
2.3.3. <i>Vitesse de fluage et exposant de contrainte</i> .....	119
2.3.4. <i>Energie d'activation</i> .....	122
2.4. Endommagement des aciers ferritiques étudiés .....	122
2.4.1. <i>Le coefficient de striction</i> .....	122
2.4.2. <i>Allongement total A%</i> .....	124
2.4.3. <i>Les faciès de rupture</i> .....	125
<b>3. Synthèse des données mécaniques et discussion .....</b>	<b>127</b>
3.1. Effet du mode de consolidation .....	127
3.2. Effet de l'ajout d'oxydes d'yttrium .....	128
3.3. Effet de la taille de grain .....	128
3.4. Effet des renforts .....	129
3.5. Effet du titane (effet du libre parcours moyen) .....	130
3.6. L'écrouissage des aciers ODS .....	130

#### **V. Etude des mécanismes de déformation et d'endommagement des aciers ODS modèles ..... 133**

<b>1. Etat de l'art .....</b>	<b>133</b>
1.1. Mécanismes de déformation en traction .....	133
1.1.1. <i>Mécanismes de déformation à basse température</i> .....	133
1.1.2. <i>Mécanismes de déformation à haute température</i> .....	133
1.2. Mécanismes de déformation selon la vitesse de sollicitation .....	135
1.3. Mécanismes d'endommagement .....	136
<b>2. Etudes <i>post mortem</i> des mécanismes de déformation des différentes nuances de l'étude .....</b>	<b>137</b>
2.1. Influence de la température sur les mécanismes de déformation .....	137
2.2. Influence de la contrainte sur les mécanismes de déformation en fluage .....	139

<b>3. Etude des mécanismes de déformations <i>in situ</i></b>	<b>146</b>
3.1. Influence de la température sur les mécanismes de déformation	146
3.1.1. Comportement à basse température d'aciers ODS (20°C à 400°C)	147
3.1.2. Comportement à des températures intermédiaires (400°C à 600°C)	147
3.1.3. Comportement à haute température (> 600°C)	148
3.1.4. Comportement d'un acier non renforcé entre l'ambiante et 600°C	148
3.2. Identification des plans de glissement et du vecteur de Burgers associé	149
3.2.1. Plan de glissement à différentes températures d'aciers ODS	150
3.2.2. Plan de glissement à différentes températures d'un acier Fe-14Cr	153
<b>4. Etude des mécanismes intragranulaires par nano-indentation</b>	<b>155</b>
<b>5. Suivi de déformation en traction sur éprouvette avec microgrille</b>	<b>157</b>
<b>6. Synthèse et discussion</b>	<b>162</b>
6.1. Evolution des mécanismes d'endommagement	163
6.2. Evolution des mécanismes de déformation avec la température	163
6.2.1. Mécanismes de déformation à basse température	163
6.2.2. Mécanismes de déformation pour des températures intermédiaires	163
6.2.3. Mécanismes de déformation à haute température	164
6.3. Effet des renforts sur les mécanismes de déformation	165
<b>VI. Modélisation du comportement mécanique</b>	<b>167</b>
<b>1. Etat de l'art</b>	<b>167</b>
1.1. Effet du réseau cristallin sur la valeur de la limite d'élasticité	167
1.2. Effet des éléments en solution solide sur la valeur de la limite d'élasticité	168
1.3. Effet des dislocations sur la valeur de la limite d'élasticité – écrouissage	169
1.4. Effet des grains sur la valeur de la limite d'élasticité	171
1.5. Effet des particules sur la valeur de la limite d'élasticité	174
1.5.1. Cas des précipités cisillables	174
1.5.2. Cas des précipités impénétrables	175
1.5.3. Durcissement des particules à haute température	177
1.6. Les différents types de sommation	178
<b>2. Modélisation du durcissement de nuances ODS</b>	<b>180</b>
2.1. Modélisation de la valeur de la limite d'élasticité à température ambiante	180
2.2. Modélisation de la valeur de la limite d'élasticité à plus haute température	185
<b>3. Modélisation du durcissement d'une nuance non-ODS</b>	<b>186</b>
<b>4. Evolution des contributions au durcissement avec la température</b>	<b>187</b>
<b>5. Modélisation avancée des nuances ODS aux hautes températures</b>	<b>190</b>
<b>6. Modélisation de l'écrouissage</b>	<b>192</b>
<b>7. Synthèse et discussion</b>	<b>194</b>
7.1. Modèle à basse température	194
7.2. Evolution des différentes contributions avec la température	195
7.3. Modèle à haute température	195
<b>VII. Conclusions et perspectives</b>	<b>197</b>

<b>Annexe 1 : Plans des éprouvettes de fluage .....</b>	<b>201</b>
<b>Annexe 2 : Traitements thermiques et thermomécaniques .....</b>	<b>203</b>
<b>Annexe 3 : Caractérisation de la microstructure par EBSD .....</b>	<b>219</b>
<b>Annexe 4 : Distribution de taille de grain .....</b>	<b>221</b>
<b>Annexe 5 : Données des essais de traction à <math>7.10^{-4} \text{ s}^{-1}</math> et évolution des résistances mécaniques <math>R_m</math>. ....</b>	<b>225</b>
<b>Annexe 6 : Bilan des essais de traction à <math>1.10^{-5} \text{ s}^{-1}</math> .....</b>	<b>229</b>
<b>Annexe 7 : Courbes et données de fluage des différents matériaux modèles .....</b>	<b>233</b>
<b>Annexe 8 : Faciès de rupture d'éprouvettes testées en fluage .....</b>	<b>237</b>
<b>Annexe 9 : Méthode de détermination des plans de glissements à partir de la reconstruction de la projection stéréographique .....</b>	<b>239</b>
<b>Bibliographie .....</b>	<b>245</b>



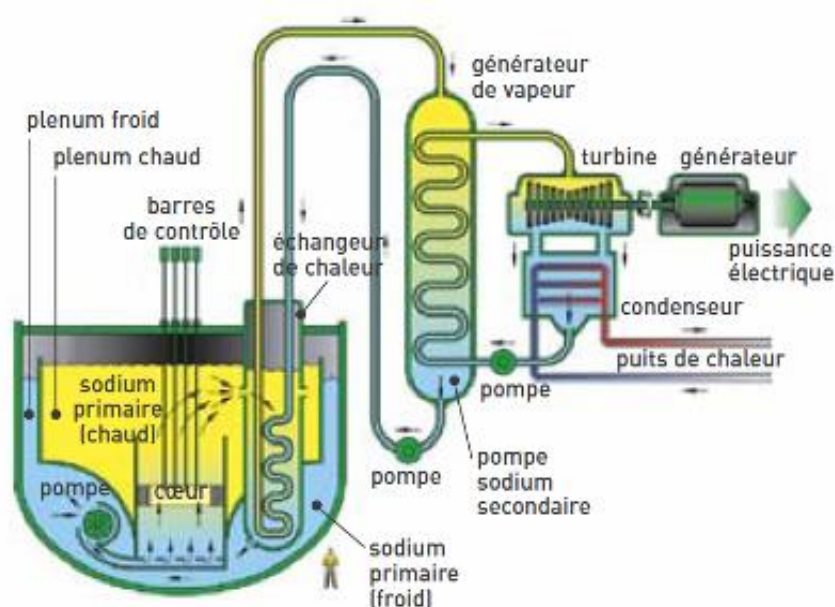
# I. Synthèse bibliographique

Dans ce premier chapitre, une revue bibliographique présente quelques généralités sur les aciers ferritiques/martensitiques ODS ainsi que sur la plasticité et les mécanismes de déformation associés.

Une littérature plus approfondie, portant sur la microstructure, les propriétés mécaniques et les mécanismes de plasticité, sera présentée dans les chapitres suivants.

## 1. Le contexte nucléaire

Face à la diminution des ressources en matériau fissile, le Forum International Génération IV (GIF en 2001), rassemblant de nombreux pays, a instauré une coopération internationale dans le cadre du développement d'une nouvelle génération de réacteurs nucléaires. Six concepts de réacteurs nucléaires du futur, présentant des aspects plus prometteurs en termes de compétitivité économique, de sûreté, de réduction des déchets radioactifs et d'économie des ressources combustibles, ont été retenus lors de ce forum. Du fait d'un fort retour d'expérience acquis avec le réacteur expérimental Rapsodie (1967-1983), le prototype Phénix (1973-2009) et le réacteur Superphénix (1983-1997), la France a décidé de faire porter ses recherches en grande partie sur le concept de réacteur à neutrons rapides refroidi au sodium (aussi appelé RNR-Na, Figure 1). Comparé aux réacteurs de génération II (parc actuel) et III (European Pressured Reactor et Réacteur à Eau Pressurisée AP1000 en cours de déploiement), le RNR-Na est un réacteur à cycle fermé permettant de régénérer son combustible et de le recycler intégralement afin de bénéficier d'une durée de fonctionnement plus longue [1].

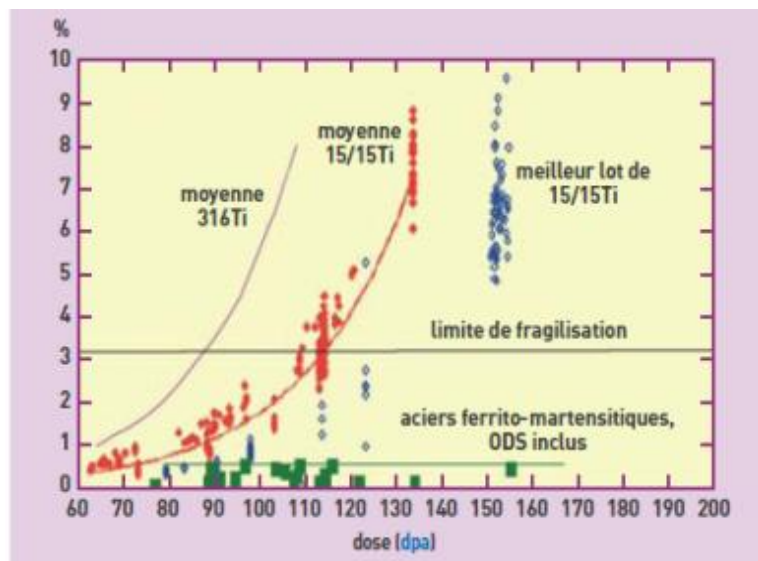


**Figure 1 :** Illustration d'un principe de Réacteur aux Neutrons Rapides refroidi au Sodium (RNR-Na) [2].

Un des principaux défis à surmonter pour le développement de cette nouvelle génération de réacteurs nucléaires concerne la définition du matériau pour le gainage du combustible. Un cahier des charges définitif n'est pas encore établi, mais des objectifs se dégagent. Ce matériau se doit de fonctionner à des températures de service élevées de l'ordre de 600-650°C (les Réacteurs à Eau

Pressurisée actuellement implantés en France fonctionnent avec une température de service globalement comprise entre 300 et 350°C), d'éviter tout phénomène de gonflement pour des doses d'irradiation allant jusqu'à au moins 150 déplacements par atome (dpa) et de résister à la pression interne (environ 100 MPa) générée par les gaz de fission en fin de cycle d'exploitation.

Actuellement considérés comme matériaux de référence pour le gainage du combustible des réacteurs, les alliages austénitiques 15/15Ti (AIM1) seront les premiers matériaux de gainage pour le prototype ASTRID (Advanced Sodium Technological Reactor for Industrial Demonstration) prévu pour 2020. Cependant, des études portant sur le gonflement des aciers, menées par J.L. Séran [3] et P. Dubuisson [4], montrent que le gonflement de ces alliages austénitiques devient trop important au-delà de 100 dpa. Au contraire, les aciers ferritiques/martensitiques présentent une excellente résistance au gonflement, et ce même pour de fortes doses d'irradiation (Figure 2). Cette différence de gonflement, observée entre un acier ferritique et un acier austénitique sous irradiation neutronique provient de la différence de structure cristalline. Le temps d'incubation est bien plus important pour un acier de structure cubique centrée (acier ferritique/martensitique), par rapport à un acier de structure cubique à faces centrées (acier austénitique). En effet, comme l'illustre la Figure 2, les aciers ferritiques/martensitiques n'ont pas commencé à gonfler pour des doses d'irradiation de de l'ordre de la centaine de dpa, contrairement aux aciers austénitiques. En outre, la vitesse de gonflement d'un acier ferritique/martensitique est 2 à 4 fois plus faible que celle d'un acier de structure cubique à faces centrées (aciers austénitiques) [5].



**Figure 2 :** Evolution du taux de gonflement (en %) selon la dose d'irradiation reçue (exprimée en dpa) [2].

Cependant, la résistance mécanique à haute température des aciers ferritiques/martensitiques est très limitée. Au contraire, lorsque ces aciers ferritiques/martensitiques se voient renforcés par une fine dispersion d'oxydes (aussi appelés aciers ODS pour *Oxide Dispersion Strengthened*), ils présentent une meilleure tenue en fluage à 650°C. Les résultats déjà obtenus montrent que pour un essai de fluage à 650°C sous une contrainte de 180 MPa, un acier Fe-18% de Cr ODS résiste 10 000 fois plus longtemps qu'un acier ferritique Fe-18% de Cr non renforcé [6]. Les aciers ferritiques martensitiques renforcés par une dispersion d'oxydes nanométriques sont donc des candidats naturels pour remplacer les alliages austénitiques comme matériau des prochaines gaines de combustibles. Une stabilité des oxydes sous irradiation neutronique semble également observée avec des doses d'irradiation s'élevant jusqu'à 75 dpa à 430°C [7].

## 2. Les voies d'élaboration des aciers ferritiques/martensitiques renforcés par une dispersion d'oxydes.

L'obtention d'un acier ferritique/martensitique renforcé par une dispersion d'oxydes et présentant de bonnes propriétés mécaniques nécessite une distribution homogène de précipités nanométriques. Actuellement, deux méthodes d'élaboration sont étudiées. La première, utilisée conventionnellement en fonderie, consiste à insérer une poudre d'oxydes d'yttrium nanométriques dans un bain de métal liquide [8]. Cependant, la température élevée du bain de métal liquide conduit à l'agglomération des renforts incorporés effaçant les deux conditions initialement recherchées : l'homogénéité et la fine taille des particules. Le second procédé d'élaboration, qui est la métallurgie des poudres, est donc actuellement la principale voie retenue pour l'élaboration d'acier ODS. Le principe d'élaboration par métallurgie des poudres d'un acier nano-renforcé se décompose actuellement en deux principales étapes (Figure 3) : une étape de broyage à haute énergie, plus communément appelée la mécanosynthèse, suivie d'une étape de consolidation à chaud (entre 850°C et 1100°C).

### 2.1. La Mécanosynthèse

C'est en 1970 que J. S. Benjamin met en place le procédé de mécanosynthèse [9]. Il s'agit d'une étape de broyage permettant d'incorporer de façon homogène une fine poudre, ici une poudre d'oxyde d'yttrium, au sein d'une poudre métallique élémentaire, ou pré-alliée, obtenue par atomisation. Ce procédé est reconnu comme étant le seul garantissant l'obtention d'une fine dispersion homogène au sein de la matrice [10]. En effet, pendant des dizaines d'heures et sous atmosphère protectrice en argon ou en hydrogène, les poudres subissent d'importantes déformations plastiques générées par les chocs répétés avec les billes ou boulets, ce qui va permettre de mélanger de manière homogène les poudres. Les grains de poudres sont successivement déformés, fracturés puis ressoudés. Dans le cas de nos matériaux, la poudre d'oxyde d'yttrium se dissout et est remise en solution suite aux chocs très énergétiques avec les billes [11]. La poudre est par la suite mise en gaine puis consolidée à chaud. C'est durant cette étape en température que les oxydes précipitent à partir des éléments présents en solution solide.

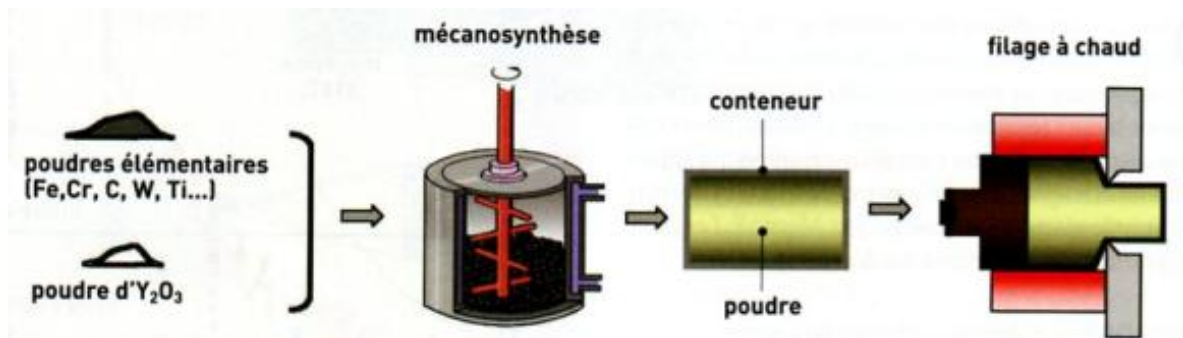


Figure 3 : Principe d'élaboration des aciers ODS.



## **2.2. La consolidation à chaud**

A ce jour, on distingue trois modes de consolidation à chaud permettant de densifier les poudres cobroyées :

### **2.2.1. L'extrusion à chaud**

Cette technique de consolidation, aussi appelée procédé de filage, est un moyen de transformation assurant l'obtention d'un matériau dense à 100%. En outre, il permet d'obtenir des ébauches tubulaires représentatives du profil recherché pour la gaine combustible. Cependant, le procédé de filage induit une texture morphologique et cristallographique synonyme d'une anisotropie des propriétés mécaniques. Cette texture s'observe seulement sur les aciers ferritiques.

### **2.2.2. La compaction isostatique à chaud (CIC)**

La compaction isostatique à chaud est un procédé d'élaboration fréquemment employé dans les laboratoires [12, 13]. Ce procédé de consolidation consiste à exercer une pression isostatique, variant de 100 à 200 MPa, sur une gaine remplie de poudre. En général, la pression est maintenue pendant une durée de 2 heures et à une température similaire à celle du filage. Cette méthode de transformation permet de s'affranchir de la texture morphologique et cristallographique obtenue par filage à chaud. Cependant, une porosité résiduelle demeure dans le produit final.

### **2.2.3. Le Spark Plasma Sintering (SPS)**

Cette méthode d'élaboration consiste à fritter une poudre par l'effet combiné d'une pression uniaxiale et d'un courant électrique de très forte intensité, chauffant la poudre [14, 15]. Malgré une application récente de ce procédé aux ODS, des caractérisations mécaniques et microstructurales d'aciers ODS, élaborés par SPS, ont déjà été effectuées [16, 17].

## **3. Les principales nuances développées**

La première nuance ODS à base fer a été développée au SCK-CEN de Mol (Belgique) dans les années 1960 comme matériau pour le gainage de réacteur à neutrons rapides refroidi au sodium [18]. Des travaux d'optimisation ont permis l'élaboration du DT2203Y05 (dénommé DY), un acier ferritique renforcé en titane et en yttrium. En 1978, la compagnie anglaise International Nickel Company (IncoAlloy) élabore deux nuances ODS expérimentales avec une base fer. Ces deux nuances ferritiques sont dénommées MA956 et MA957. Les compositions sont les suivantes :

- MA956 : Fe-20Cr-4,5Al-0,33Ti-0,5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>
- MA957 : Fe-13Cr-0,3Mo-1Ti-0,25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Ces matériaux industriels ont fait depuis l'objet de nombreuses études [19, 20, 21].

Par la suite, le Japon, l'Europe ou encore les Etats Unis ont lancé de vastes programmes de recherche et de développement portant sur de nouvelles nuances expérimentales (Tableau 1).

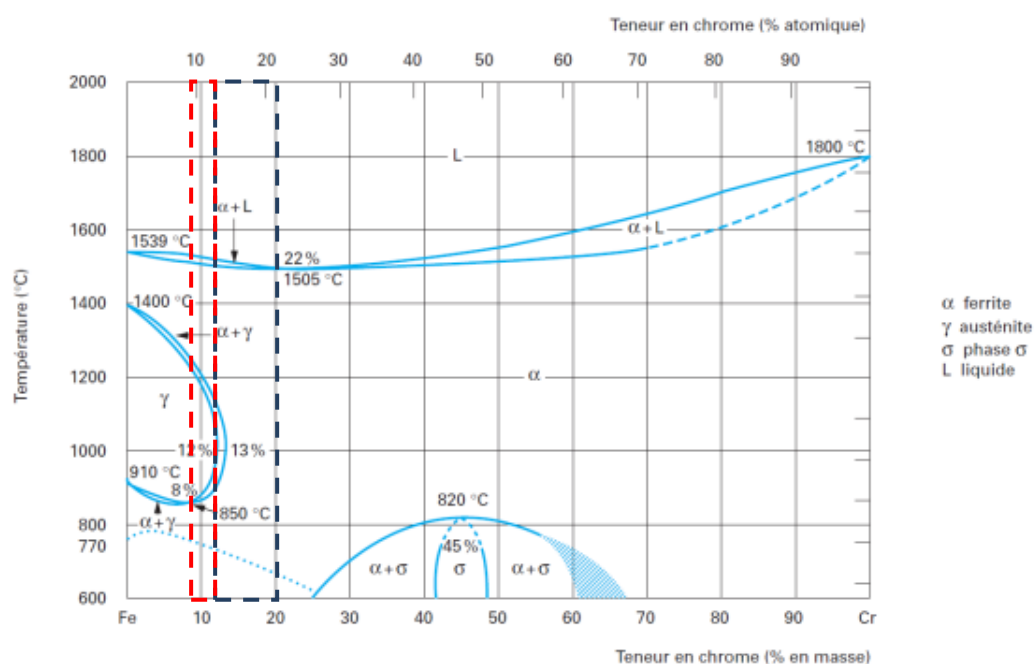
Aciers	Base	Cr	Ti	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	W	Al	Mo
DT [22]	Fe	13	2,9	-	-	-	1,5
DY [22]	Fe	13	2,2	0,5	-	-	1,5
MA956 [23]	Fe	20	0,5	0,5	-	4,5	-
MA957 [23]	Fe	13	1	0,25	-	-	0,3
PM2000 [24, 25]	Fe	20	0,5	0,5	-	5,5	-
EM10 [26, 27]	Fe	8,5	-	0,25	-	-	1
12 Y1 [28]	Fe	12	-	0,25	-	-	-
12 YWT [28]	Fe	12	0,4	0,25	2,5	-	-
EUROFER 97 [29, 30]	Fe	9	-	0,3	1	-	-
14 YWT [30]	Fe	14	0,4	0,25	3	-	-

**Tableau 1** : Compositions (en %massique) de différentes nuances ODS élaborées (liste non-exhaustive).

Du fait d'un important travail des équipes japonaises, la composition chimique des nuances ferritiques/martensitiques ODS a pu être optimisée sur la base des propriétés mécaniques qui en découlent [31, 32, 33]. Les récentes nuances sont renforcées d'oxyde d'yttrium (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dont la teneur est comprise entre 0,25% et 0,35%.

#### 4. Microstructures typiques

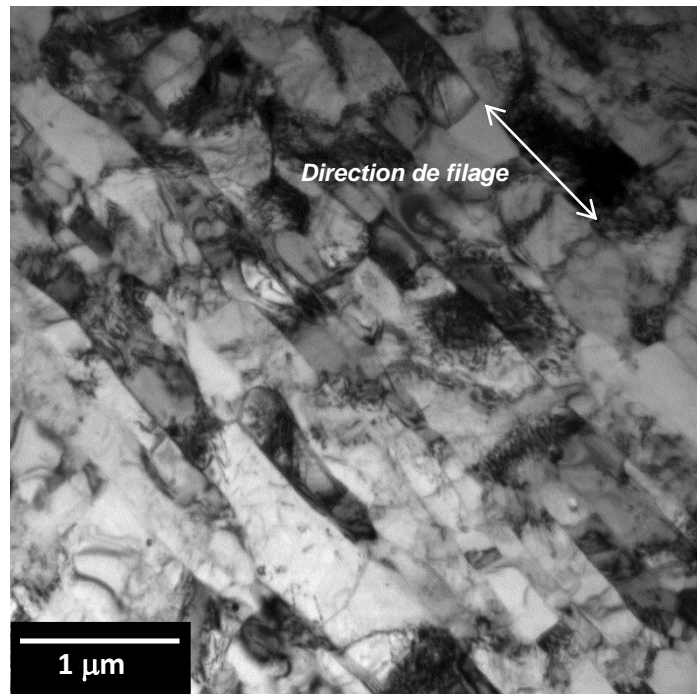
Les aciers ODS possèdent une matrice à base de fer contenant une teneur en chrome comprise entre 9% et 20%. On distingue deux grandes familles d'aciers : les aciers « ferritiques/martensitiques » ayant une teneur en chrome inférieure à 12% (et qui vont présenter un changement de phase  $\alpha/\gamma$  à haute température) et les aciers ferritiques ayant une teneur en chrome supérieure à 12% (et qui ne présenteront pas de changement de phase  $\alpha/\gamma$  à haute température) (Figure 4).



**Figure 4** : Diagramme Fer-Chrome [34]. Le domaine rouge correspond aux aciers « ferritiques/martensitiques » (9 à 12% de Cr) alors que le domaine bleu correspond aux aciers « ferritiques » (12 à 20% de Cr).

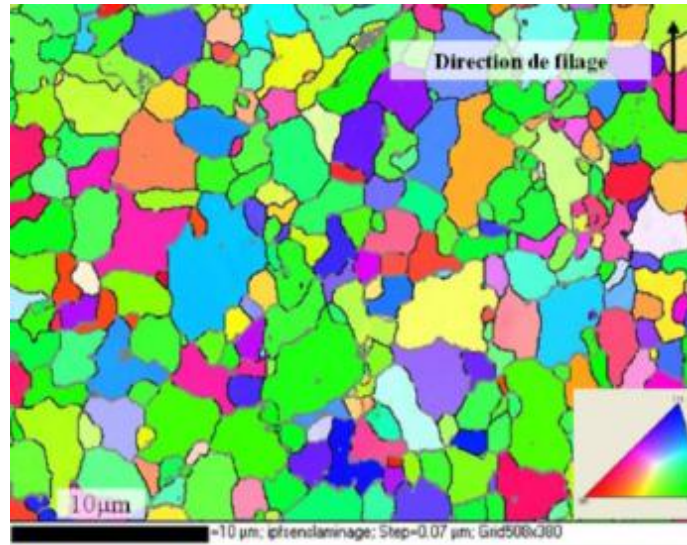
La microstructure obtenue après consolidation dépend de plusieurs paramètres. Les principaux paramètres permettant de jouer sur la microstructure sont : le procédé d'élaboration utilisé et la composition chimique des nuances.

Le procédé de filage étant la méthode de consolidation à chaud la plus utilisée, la microstructure attendue pour un acier ODS Fe-14% de Cr est déjà bien connue. Elle est composée de deux familles de grains de taille et de morphologie différentes : des grains très fins, faisant quelques microns de long pour quelques centaines de nanomètres de large, allongés dans la direction du filage et des petits grains équiaxes (Figure 5). Le facteur de forme des grains (GAR : Grains Aspect Ratio = rapport de la longueur sur la largeur) peut aller de 2,5 [35] à 10 [19]. Cette texture morphologique très prononcée est seulement visible sur les aciers ferritiques. Une forte texture cristallographique est également observée sous forme de fibre <110> orientée dans la direction de filage [36].



**Figure 5 :** Microstructure d'un acier ODS Fe-14% de Cr observée au Microscope Électronique en Transmission [37].

Concernant les nuances martensitiques filées, elles présentent une microstructure composée de grains équiaxes de tailles variées (Figure 6) [38]. La différence de microstructure obtenue entre une nuance ferritique filée et une nuance martensitique filée est due au passage de ces derniers par le domaine austénitique au cours de leur transformation (Figure 4).



**Figure 6:** Illustration de la microstructure d'un acier ODS 9Cr-1W filée imagée en EBSD [38].

La microstructure d'un acier ferritique ODS consolidé par CIC diffère de la microstructure d'un acier ferritique ODS filé. Les petits grains allongés dans la direction de filage sont remplacés par des grains équiaxes. En outre, en plus de l'absence de texture morphologique, la CIC ne conduit pas non plus à l'apparition d'une texture cristallographique, comme généralement observée sur les nuances filées. La microstructure est formée de grains nanométriques et de grains microniques [39, 40]. La taille des grains dépend du taux de renforts ainsi que de la nature de ces derniers [41, 42], qui contrôle l'ancrage des joints de grain sur les nanoparticules ralentissant la croissance des grains.

La chimie, la forme, la taille ainsi que la densité de renforts varient selon la nuance ODS élaborée. A titre d'exemple, le rayon moyen obtenu pour les premières nuances ODS DT et DY était respectivement de 40 nm et 10 nm [43]. Désormais, les aciers ferritiques/martensitiques ODS possèdent une précipitation dont la taille moyenne est plutôt comprise entre 1 et 10 nm. La nature des renforts varie selon la taille de ces derniers. Ainsi, H. Sakasegawa a établi dans le MA957, une corrélation entre la composition chimique du précipité considéré et sa taille [44] (Figure 7). Les nano-renforts à base d'yttrium ont une taille comprise entre 1 nm et 50 nm, et contiennent souvent du titane. La structure cristallographique de ces renforts peut être de type pyrochlore ( $Y_2Ti_2O_7$ ), orthorhombique ( $Y_2TiO_5$ ) ou encore cubique ( $Y_2O_3$ ). Les aciers ODS contiennent également des oxydes de titane d'une taille de l'ordre de 100 nm ainsi que des agrégats d'oxydes dont la taille varie entre 100 nm et 500 nm. Enfin, des oxydes d'aluminium de taille micrométrique sont également observés.

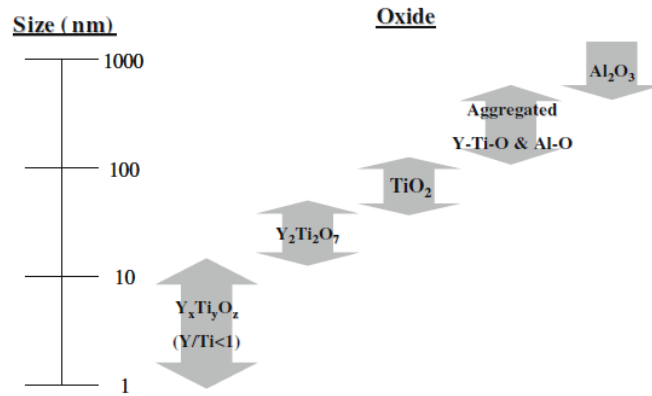


Figure 7 : Evolution de la chimie des oxydes présents dans un acier ODS MA957 selon leur taille [44].

## 5. Propriétés mécaniques

### 5.1. Comportement en traction

Une large base de données d'essais de traction sur différents aciers ferritiques/martensitiques renforcés par une dispersion d'oxydes nanométriques est disponible dans la littérature. Certains essais mécaniques ont été menés afin de comprendre l'influence de paramètres sur les propriétés mécaniques : la température, la vitesse de déformation [37], l'anisotropie [45] ou même l'effet des renforts [21, 46].

D'une manière générale, il a été montré qu'à partir de la température ambiante, la valeur de la limite d'élasticité d'un acier renforcé par une dispersion d'oxydes diminue modérément jusqu'à environ 400°C avant de voir une chute plus prononcée de ses propriétés mécaniques à plus haute température (Figure 8). Il est également observé que l'évolution de l'allongement uniforme reste faible, jusqu'à une température au-delà de laquelle un pic d'allongement est observé. Ce pic d'allongement est également observé sur l'allongement total [35, 28]. L'introduction de nanoparticules au sein de la matrice permet d'améliorer considérablement la résistance mécanique, en contrepartie le matériau renforcé perd en ductilité [30].

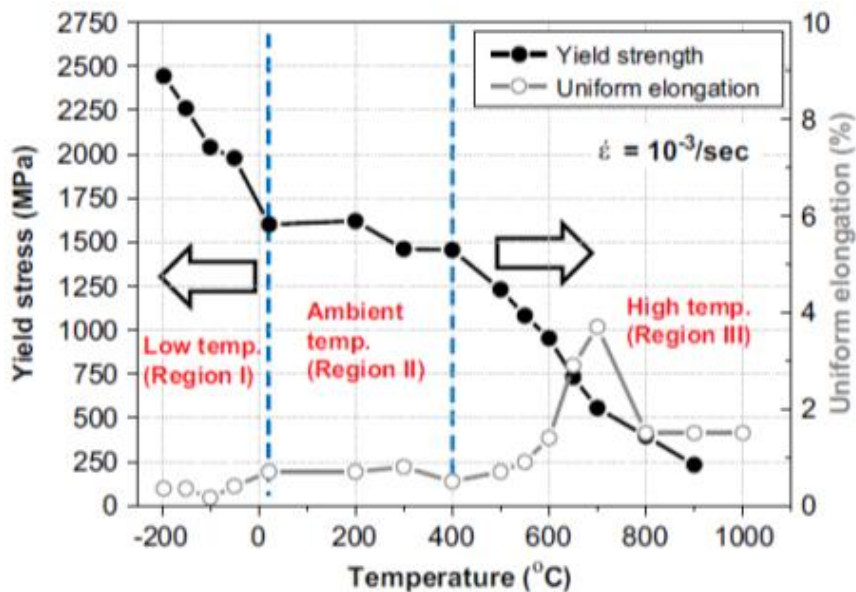


Figure 8 : Evolution de la limite d'élasticité et de l'allongement uniforme avec la température pour un acier 14YWT [47].

## 5.2. Comportement en fluage

### 5.2.1. Généralités

Un chargement constant à température élevée ( $T_{\text{essai}} > 1/3$  de la température de fusion  $T_f$ ) correspond à une sollicitation en fluage, et résulte en une déformation plastique fonction du temps. En général, un essai de fluage présente trois régimes : le fluage primaire, le fluage secondaire et le fluage tertiaire (Figure 9).

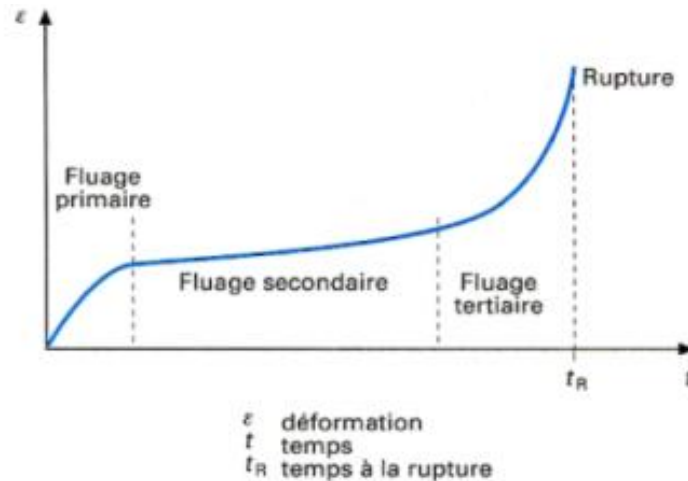


Figure 9 : Allure générale d'une courbe de fluage [48].

**Le fluage primaire** (ou transitoire) : ce régime est dominé par une consolidation du matériau. La vitesse de déformation diminue au cours du temps jusqu'à atteindre une vitesse constante à la fin du régime primaire.

**Le fluage secondaire (ou stationnaire)** : durant ce régime, la vitesse de déformation reste constante, on parle donc de stade stationnaire. La vitesse stationnaire est atteinte lorsqu'un équilibre entre le durcissement induit par la déformation et l'adoucissement lié à la restauration est obtenu. Classiquement, le fluage stationnaire est décrit par la loi de Norton :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 * \left(\frac{\sigma}{\mu}\right)^n * e^{\left(\frac{-Q}{R*T}\right)} \quad \text{équation I.1}$$

avec  $\dot{\epsilon}_0$  un paramètre matériau,  $\mu$  le module de cisaillement,  $\sigma$  la contrainte appliquée,  $n$  l'indice de Norton,  $Q$  l'énergie d'activation,  $R$  la constante des gaz parfaits et  $T$  la température.

**Le régime tertiaire** : ce régime est défini par une accélération de la vitesse de déformation jusqu'à rupture du matériau. Ce stade de fluage est caractérisé par l'apparition d'une instabilité appelée striction. Elle commence lorsque la dérivée seconde de la déformation est égale à 0, c'est-à-dire au niveau du point d'inflexion de la courbe. L'entrée en fluage tertiaire peut être soit d'origine rhéologique (liée au comportement), soit induite par l'endommagement. Dans le premier cas, cette instabilité peut être décrite par le critère de Hart [49]. Dans le second cas, elle peut être liée à un adoucissement du matériau induit par la formation de cavités, souvent réparties au niveau des joints de grain (Figure 10). Les cavités se forment soit au niveau des points triples, soit au niveau des précipités. Les cavités vont croître, en général par un processus de diffusion lacunaire, ou alors par coalescence entre elles jusqu'à la création de fissures.

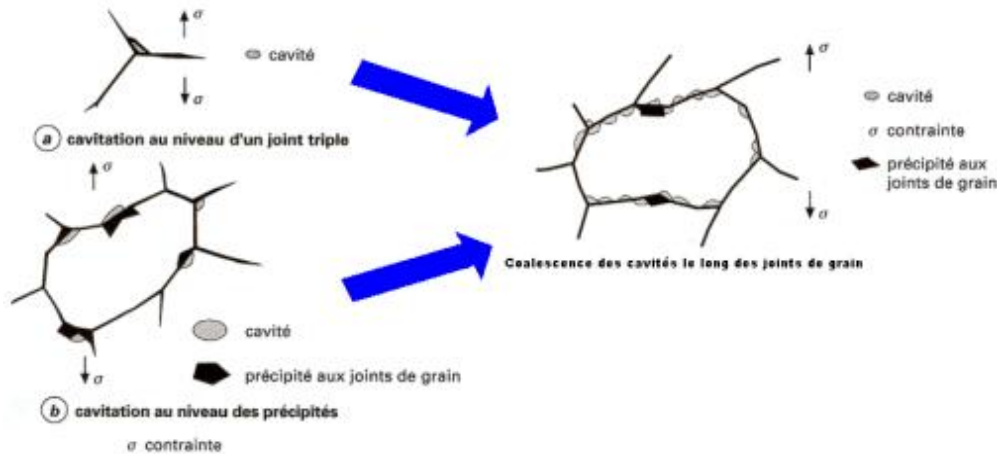


Figure 10 : Principe de formation des cavités durant le stade tertiaire [48].

### 5.2.2. Le fluage d'un alliage ODS

La principale contrainte de fluage subie par les matériaux lors de leur utilisation en tant que gainage du combustible provient des gaz de fission en fin de cycle. Elle serait de l'ordre de 100 MPa. A 650°C, le fluage d'un alliage ferritique est très rapide sous un chargement de 180 MPa, à peine d'une heure jusqu'à rupture (Figure 11). Il peut être fortement ralenti en intégrant une dispersion d'oxydes de taille nanométrique dans l'acier : l'acier renforcé se déforme beaucoup moins et possède une durée de vie typiquement 10000 fois supérieure à celle d'un acier non-renforcé [45].

Cependant, la courbe de fluage d'un acier ODS ne semble pas présenter de stade tertiaire aussi prononcé que sur un acier ferritique/martensitique sans ODS.

Sur un essai de fluage sur une nuance ODS filée soumise à un chargement de 370 MPa à 650°C, Steckmeyer observe une vive accélération de la vitesse de déformation au-delà de 2% de déformation (taux de déformation à partir duquel apparaîtrait pour cet essai le dernier stade sur la courbe de fluage). Cette accélération de la vitesse de fluage est synonyme d'un endommagement qui se développe brutalement [50]. L'origine de cet endommagement reste toutefois incomprise.

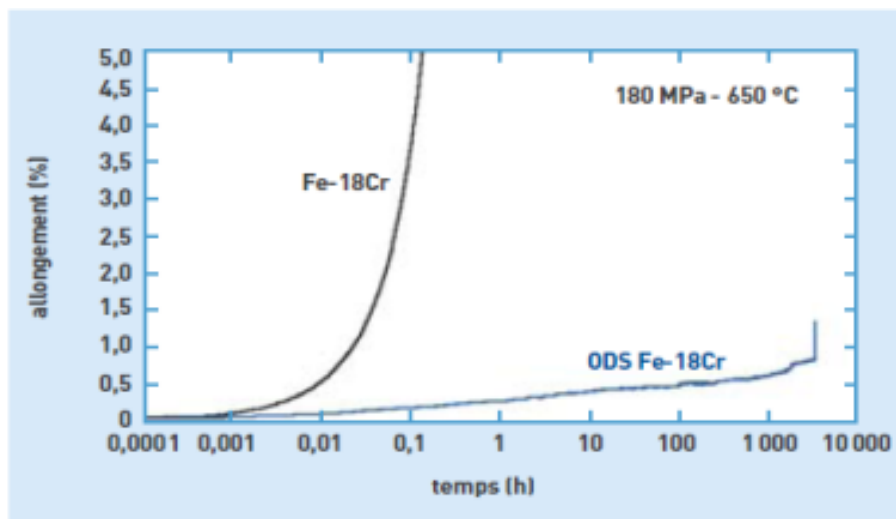


Figure 11 : Comportement en fluage d'un acier ferritique Fe-18Cr non renforcé et d'un acier ferritique ODS Fe-18Cr à 650°C sous une contrainte de 180 MPa [45].

Enfin comme l'illustre Zakine sur une nuance DY (Figure 12) [51], les aciers ODS possèdent un exposant de Norton  $n$ , déterminé via la loi de Norton durant le fluage secondaire (équation I.1), dont

la valeur est élevée (de 10 à 30 selon la composition). Or, l'exposant de contrainte d'un acier conventionnel est compris entre 1 et 6. Pour expliquer cette différence, il est communément proposé de modifier la loi de Norton (équation I.1) en réduisant la contrainte appliquée par une contrainte seuil (équation I.2) dont l'origine est liée, au moins pour partie, à la présence des nano-renforts.

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 * \left( \frac{\sigma - \sigma_{seuil}}{\mu} \right)^n * e^{\left( \frac{-Q}{R*T} \right)} \quad \text{équation I.2}$$

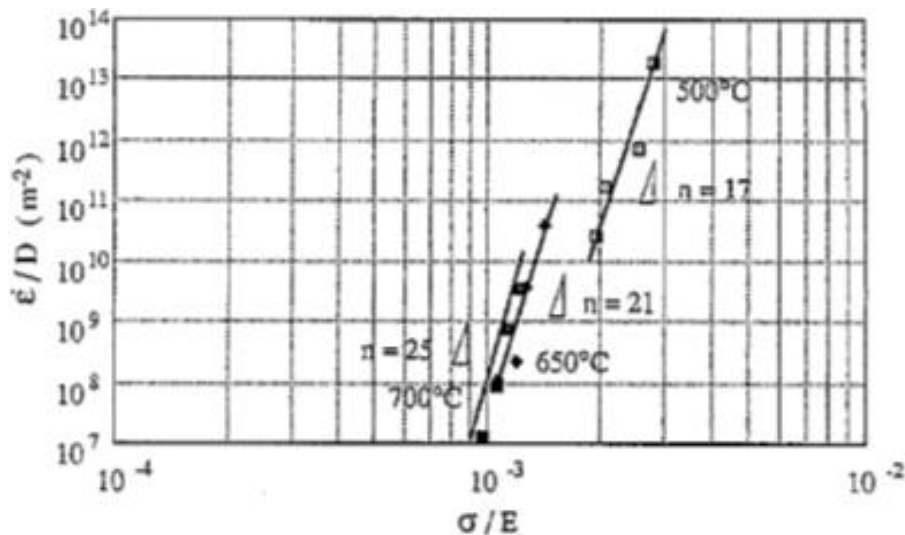


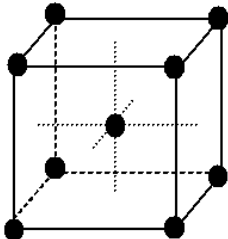
Figure 12 : Evolution de la vitesse de fluage secondaire normalisée en fonction de la contrainte normalisée [51].

## 6. Plasticité et mécanismes de déformation

### 6.1. Généralités sur la plasticité

La plasticité des matériaux métalliques mono- ou poly-cristallins est définie par le mouvement de défauts cristallins, les dislocations. Il existe deux types de déplacement des dislocations. Le principal mouvement correspond au glissement des dislocations. Le glissement des dislocations peut avoir lieu par l'action de la seule contrainte appliquée, sans mouvement des atomes par diffusion. Ce type de déformation est observé à fortes contraintes ( $\sigma > \mu * 10^{-3}$ ). Le glissement, majoritaire à basse température et à forte contrainte, se produit plus facilement dans des directions spécifiques (directions de glissement) sur certains plans cristallographiques (plans de glissement). Généralement, le plan de glissement correspond au plan présentant la plus grande densité atomique. Le Tableau 2 résume les plans de glissement privilégiés par les dislocations pour un matériau de structure cristalline cubique centrée. Les plans denses correspondent aux plans de glissement {110}. Les plans de glissement {112} et {123} sont des plans secondaires. Le vecteur de Burgers d'un acier cubique centré est généralement de type  $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ .



Structure cristalline	Cristal	Plan de glissement	Direction de glissement
Cubique centrée (CC)		$\{110\}, \{112\}, \{123\}$	$\langle 111 \rangle$

**Tableau 2** : Systèmes de glissement des aciers de structure CC [52].

Le second mécanisme de plasticité correspond au mouvement dit non conservatif. Pour des contraintes plus faibles et à des températures élevées, on observe une déformation induite par un glissement de dislocations combiné au phénomène de montée de dislocations. Ce type de mécanismes de déformation est souvent appelé **fluage dislocations**. Enfin, le dernier mécanisme de déformation thermiquement activé correspond au **mécanisme diffusionnel**. Il est principalement observé pour des contraintes faibles. Cependant, on dissocie tout de même deux domaines : le mécanisme diffusionnel au sein des joints de grain, correspondant au **mécanisme diffusionnel selon Cobble**, intervenant pour des températures inférieures à  $0,6 T_f$  et le **mécanisme diffusionnel selon Nabarro-Herring**, caractéristique d'une diffusion au sein des grains, pour des températures supérieures à  $0,6 T_f$ .

D'autres mécanismes thermiquement activés, telle que la superplasticité associée à du glissement aux joints de grain, sont également observés sur les aciers ferritiques/martensitiques renforcés par une dispersion d'oxydes [53].

Ces différents mécanismes de déformation sont définis au sein de cartographies des mécanismes de déformation en fonction de la température et de la contrainte imposée (Figure 13).

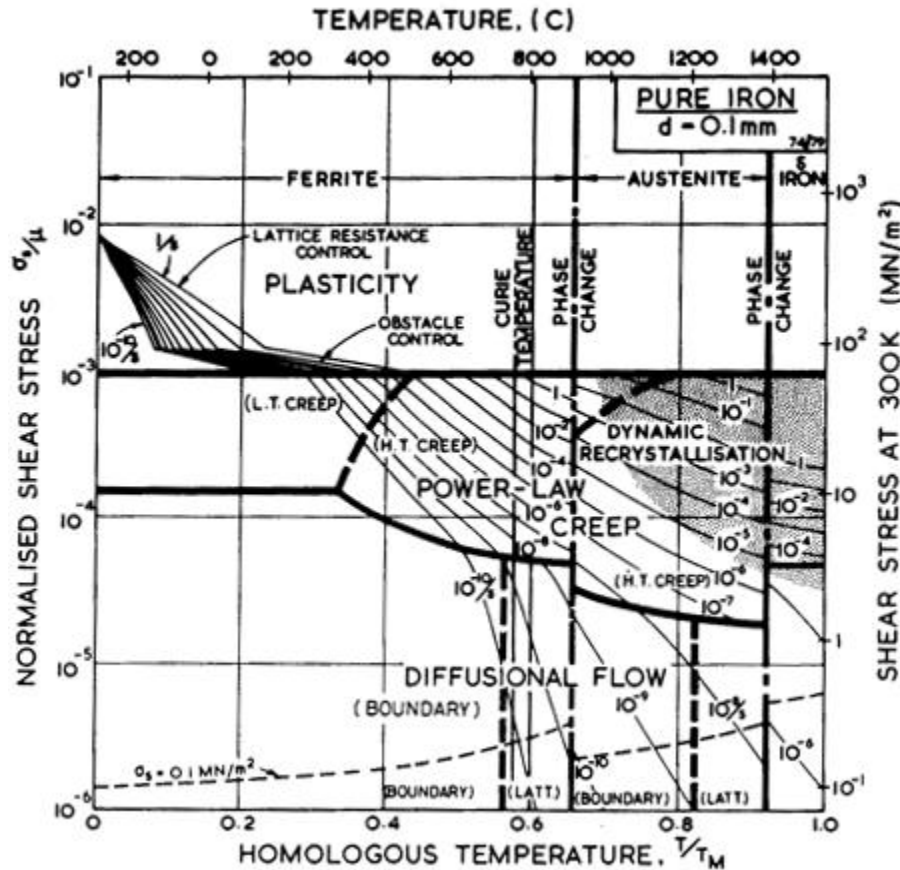


Figure 13 : Cartographie Contrainte normalisée / Température normalisée permettant de définir les mécanismes de déformation du fer pur pour une taille de grain de 0,1 mm [54].

## 6.2. Les mécanismes de durcissement à basse température

A basse température, le glissement des dislocations correspond au mécanisme de plasticité majoritaire. Le mouvement des dislocations dépend fortement des obstacles microstructuraux. Une bonne compréhension de l'impact de ces différents obstacles est donc essentielle pour pouvoir estimer leur contribution au durcissement des matériaux. Parmi les paramètres microstructuraux présents dans les aciers ferritiques/martensitiques ODS, on retrouve la structure cristalline, les atomes en solution solide, les dislocations, les grains et la précipitation.

### 6.2.1. La friction de réseau

Dans un métal pur ou un cristal sans défaut, la friction du réseau cristallin, aussi appelée la force de Peierls-Nabarro, représente la force qui s'oppose au glissement des dislocations. La force de friction de réseau dépend donc des tailles caractéristiques du réseau cristallin (paramètre de maille) et de la dislocation (vecteur de Burgers) [55, 56, 57]. De manière générale, cette force est relativement faible dans les métaux du fait de la nature métallique de la liaison chimique. Pour les structures cubiques centrées, il a été suggéré que le cœur des dislocations se comporte différemment comparé aux aciers cubiques à faces centrées. En effet, la direction  $\langle 111 \rangle$  est un axe ternaire forçant le cœur des dislocations vis à se dissocier sur trois plans (plans (112) ou (110)). Ces effets sur le cœur se produisent pour des températures inférieures à 200K. Ainsi, contrairement aux aciers austénitiques (cubiques à faces centrées), la force de Peierls-Nabarro des aciers ferritiques (cubiques centrés) intervenant pour des températures inférieures à 200K est bien plus importante que celle estimée à

partir de l'équation I.3, et est difficile à calculer. Pour des températures supérieures à 200K, la friction de réseau d'un acier cubique centré peut se définir via l'équation I.3 :

$$\tau_0 = \frac{2\mu}{1-\nu} \exp\left(\frac{-2\pi a}{b(1-\nu)}\right) \quad \text{équation I.3 [58]}$$

Avec  $\mu$  le module de cisaillement,  $\nu$  le coefficient de Poisson,  $a$  le paramètre de maille du cristal et  $b$  le vecteur de Burgers.  $\tau$  représente la contrainte critique de cisaillement résolue sur un système de glissement (critical resolved shear stress ou CRSS). Le passage de la contrainte locale à la contrainte macroscopique, notée  $\sigma$ , se fait à l'aide du facteur de Taylor  $M$ , valant environ 3 pour un polycristal de structure cubique et à la texture aléatoire [58] :

$$\sigma = M\tau \quad \text{équation I.4}$$

### 6.2.2. Le durcissement par solution solide

L'ajout d'éléments chimiques en solution permet de durcir le matériau et ainsi, d'augmenter la valeur de la limite d'élasticité. Les interactions entre les dislocations et les éléments en solution solide dépendent notamment de la taille des solutés, qui contrôle leur interaction avec la composante hydrostatique du champ élastique des dislocations. Les principaux éléments en solution solide sont le chrome et le tungstène.

En 1944, Lacy et Gensamer ont modélisé le durcissement par solution solide d'un acier cubique centré avec une formule empirique [59]. La contrainte de durcissement est fonction de la concentration atomique ( $X$ ) des espèces chimiques en solution solide :

$$\sigma_{SS} = \sum_i K_i X_i^{0,75} \quad \text{équation I.4}$$

Avec  $K_i$  le coefficient de durcissement associé à l'espèce  $i$ .

Comme l'indique W.C. Leslie [60], il existe différentes lois de durcissement fonction de la concentration de soluté.

### 6.2.3. La contribution des joints de grain

La taille des grains joue un rôle important sur l'évolution des propriétés mécaniques [61]. Cette contribution de la taille des grains sur les propriétés mécaniques est généralement appelée effet Hall-Petch. Elle traduit le fait que la propagation de la plasticité à travers un polycristal est empêchée par les joints de grain qui sont des obstacles infranchissables aux dislocations. Elle nécessite l'activation successive de sources de dislocations dans chaque grain, par la contrainte générée par l'empilement des dislocations dans le grain voisin.

Selon la loi proposée par Hall et Petch [62, 63], la contrainte de franchissement du joint de grains est inversement proportionnelle à la racine carrée de la taille moyenne des grains ( $D$ ) :

$$\sigma_{JdG} = k_{JdG} D^{-\frac{1}{2}} \quad \text{équation I.5}$$

Avec  $k_{JdG}$  un coefficient de proportionnalité.

Selon Friedel [64], l'évolution avec la température du coefficient  $k_{JdG}$  est proportionnelle à celle observée pour le module de cisaillement. La valeur du coefficient suit l'équation suivante :

$$k_{JdG} = \frac{\mu(T)\sqrt{b}}{5} \quad \text{équation I.6}$$

$\mu(T)$  correspond au module de cisaillement du matériau, dépendant de la température, et  $b$  représente le vecteur de Burgers. D'autres modèles, fonction du module de cisaillement ainsi que du vecteur de Burgers, sont proposés dans la littérature afin d'estimer la constante de Hall-Petch,  $k_{JdG}$  [65, 66, 67]. Enfin, l'étude de J.W. Nam et al. met en évidence un effet de la teneur en carbone sur la valeur du paramètre  $k_{JdG}$  [68]. Selon Courtney, le paramètre  $k_{JdG}$  est d'environ  $0,307 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  pour les aciers à bas carbone ( $< 0,1\%$  de carbone) [69]. Dans son étude portant sur les aciers Fe-C à grains ultrafins, Takaki montre que le coefficient de proportionnalité  $k_{JdG}$  est égal à  $0,6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  pour les aciers comportant un faible taux de carbone en solution solide [70]. Il est possible que la différence entre ces deux valeurs du coefficient  $k_{JdG}$  soit liée à la teneur de carbone présent en solution solide qui augmente le coefficient [68, 70].

#### 6.2.4. Le durcissement par les dislocations

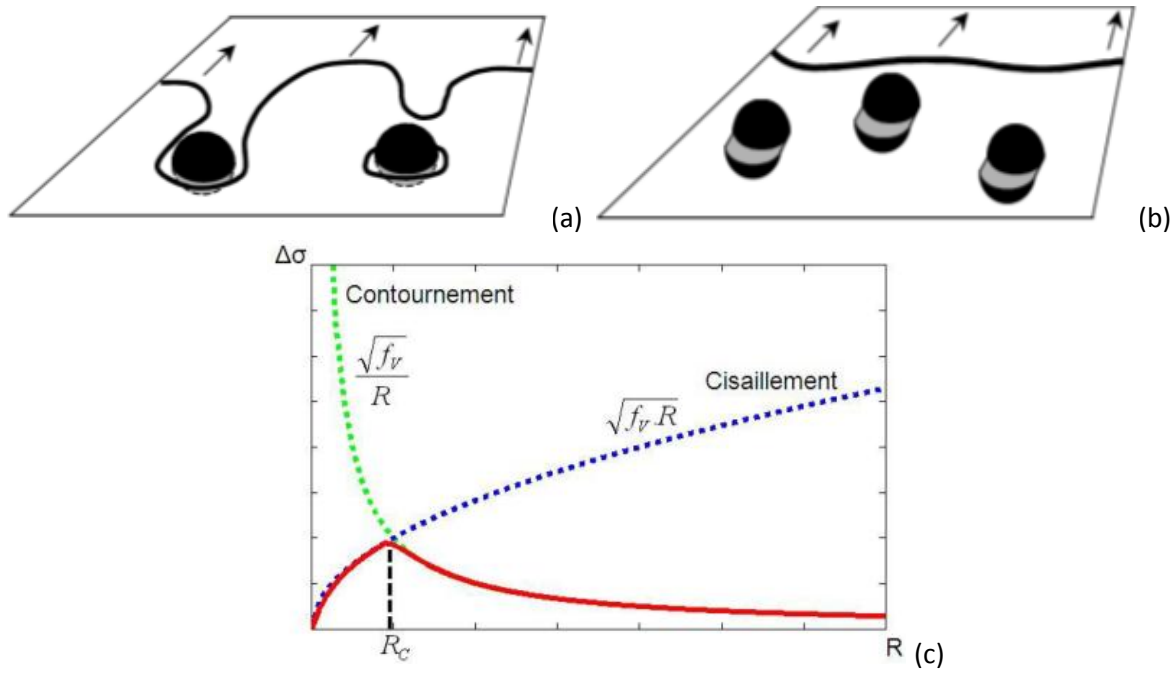
La progression des dislocations est rendue plus difficile par la présence d'une *forêt* d'autres dislocations (dislocations non coplanaires). Le durcissement, décrit par l'équation de Taylor, dépend de la distance entre dislocations traversant le plan de glissement, qui est inversement proportionnelle au carré de la densité de dislocations [71]:

$$\sigma_{Dislo} = M\alpha\mu b \sqrt{\rho_{Dislo}} \quad \text{équation I.7}$$

$M$  est le facteur de Taylor,  $\rho_{Dislo}$  est la densité de dislocations et  $\alpha$  est une constante dépendant de la force des jonctions entre dislocations, dont la valeur est comprise entre 0,15 et 0,5 [72]. Selon la littérature,  $\alpha$  varie entre 0,25 [65] et 0,3 [37] pour les aciers ODS.

#### 6.2.5. Le durcissement par précipitation

Quelle que soit sa taille, une particule de seconde phase représente un obstacle dans la progression d'une dislocation. L'apport de la précipitation sur les propriétés mécaniques dépend fortement de la nature des particules (taille, fraction volumique, degré de cohérence, ...). Les particules peuvent être franchies soit par cisaillement soit par contournement. La compétition entre les mécanismes de cisaillement et de contournement peut se résumer par la Figure 14. Pour des tailles de particules très faibles, la contrainte de cisaillement est plus faible que la contrainte de contournement. Les contraintes de cisaillement et de contournement variant respectivement selon  $\sqrt{f_V} r$  et  $\sqrt{f_V}/r$ , on devine une valeur critique du rayon de particule correspondant au changement de mécanisme d'interaction dislocations/précipités.



**Figure 14** : Illustration du mécanisme de franchissement des précipités par contournement (a) et par cisaillement (b). (c) Graphique illustrant la transition des mécanismes de franchissement selon le rayon des particules  $R$  et la fraction volumique  $f_v$  [73].

#### 6.2.5.1. Détermination de la contrainte critique

Selon la Figure 15, la force nécessaire pour qu'une dislocation franchisse une particule s'exprime sous la forme :

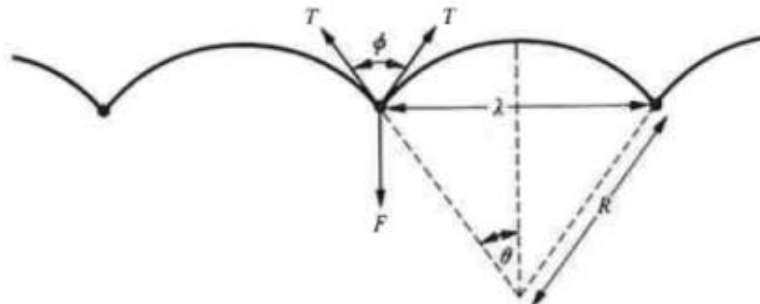
$$F = 2T \cos \frac{1}{2} \phi \quad \text{équation I.8}$$

Avec  $T$  la tension de ligne approximativement égale à  $\frac{1}{2}\mu b^2$  et  $\phi$  l'angle de détachement.

Or, lors du décrochement de la dislocation, la force critique correspond à la force appliquée sur la dislocation par le champ de contrainte, soit :

$$F_c = \tau_c b \lambda \quad \text{équation I.9}$$

Avec  $\tau_c$  la contrainte critique et  $\lambda$  la distance moyenne inter-particule.



**Figure 15** : Schéma d'une dislocation ancrée sur des précipités [74].

### 6.2.5.2. Cas des précipités cisailés

Si la dislocation cisaille la seconde phase, comme illustré en Figure 16, son vecteur de Burgers doit appartenir au réseau de chacune des deux phases. Ceci implique en particulier une certaine cohérence cristallographique entre la matrice et la seconde phase.

En général, la force critique  $F_c$  est supposée proportionnelle au vecteur de Burgers de la dislocation et au rayon moyen des particules  $r$  :

$$F_c = \alpha \mu b r = \tau_c b \lambda_c \quad \text{équation I.10}$$

Avec  $\alpha$  une constante numérique représentant la force de l'obstacle.

Afin de prendre en compte la courbure de la dislocation, une longueur effective  $\lambda_c$ , représentant l'espacement critique entre particules au moment du décrochement, est utilisée telle que :

$$\lambda_c^3 = \frac{2T\lambda^2}{b\tau_c} \quad [64, 75] \quad \text{équation I.11}$$

A partir des équations I.10 et I.11, il est possible de déterminer la contrainte critique, au-delà de laquelle les particules seront cisailées :

$$\tau_c = \sqrt{\frac{(\alpha r)^3}{b}} \times \mu \times \frac{1}{\lambda} \quad \text{équation I.12}$$

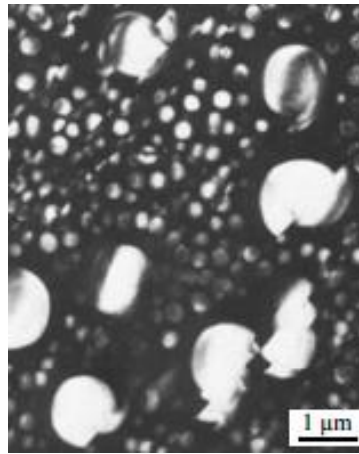
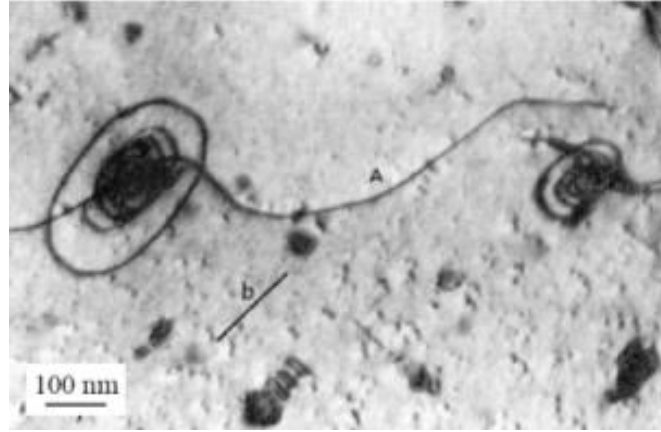


Figure 16 : Exemple de franchissement par cisaillement de particules de composition  $\text{Ni}_3\text{Al}$  [76].

### 6.2.5.3. Cas des précipités contournés

En général, une particule est contournée lorsque l'interface de la particule n'est pas en accord avec celle de la matrice ou lorsque la particule présente un rayon important. Une fois ancrée sur les particules, la dislocation se courbe jusqu'à ce que les « bras » se rejoignent. Ainsi, la dislocation se referme laissant derrière elle une boucle de dislocation, aussi appelée boucle d'Orowan, autour des particules (Figure 17).



**Figure 17** : Exemple de boucles d'Orowan après contournement de précipités présents dans un alliage d'aluminium [77].

Comme vu précédemment, la force de détachement est proportionnelle à la contrainte appliquée et à la distance inter-particule. Or dans le cas de particules impénétrables, l'angle de détachement  $\phi$  est égal à 0. Pour rappel :

$$F_c = \tau_c b \lambda, F = 2T \cos \frac{1}{2} \phi \text{ et } T = \frac{1}{2} \mu b^2.$$

A partir de ces équations, il est possible d'en déduire la contrainte nécessaire pour contourner les nanoparticules :

$$\begin{aligned} 2T &= \tau_c b \lambda \\ \tau_c &= \frac{2T}{b \lambda} \\ \tau_c &= \frac{\mu b}{\lambda} \end{aligned} \quad \text{équation I.13}$$

On retrouve l'équation d'Orowan.

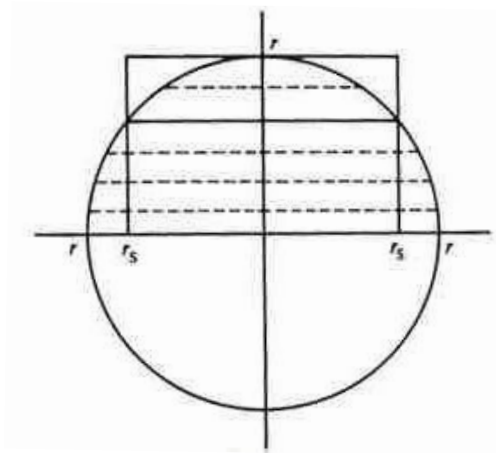
Quel que soit le mécanisme de franchissement, les équations I.12 et I.13 mettent en évidence une contrainte critique dépendante de la distance inter-particules  $\lambda$ . D'après Ardell [78], cette distance inter-particules est fonction de la fraction volumique  $f_v$  et du rayon uniforme  $r$ . Pour une distribution monomodale de taille, l'équation de la distance inter-particules, qui prend en compte les plus proches voisins dans un plan de glissement, s'écrit [79, 80] :

$$\lambda = 1,25r \left( \frac{2\pi}{3f_v} \right)^{\frac{1}{2}} \quad \text{équation I.14}$$

Dans le cas où la taille des particules  $r$  est négligeable par rapport à la distance inter-particules  $\lambda$ , l'équation I.14 est la formulation simplifiée. Dans le cas contraire, on considère la distance moyenne entre les surfaces des deux particules en réduisant la distance inter-particules par  $2r_s$ .  $r_s$  représente le rayon moyen d'intersection d'une particule de rayon  $r$  avec un plan aléatoire (Figure 18). Pour un ensemble de particules de rayon  $r$ , le rayon moyen d'intersection  $r_s$  vérifie :

$$\frac{2}{3} \pi r^3 = \pi r_s^2 r$$

$$\text{Soit } r_s = \sqrt{\frac{2}{3}} r$$



**Figure 18** : Définition du rayon moyen d'intersection d'une particule de rayon  $r$  par un plan [74].

En injectant l'équation I.14 dans les équations I.12 et I.13, la dépendance en  $\sqrt{f_V} r$  et  $\sqrt{f_V}/r$ , respectivement pour la contrainte de cisaillement et de contournement, est confirmée.

Pour les aciers ODS, le franchissement des nanoparticules est supposé se faire par contournement cependant aucune boucle d'Orowan n'a été observée jusqu'à maintenant.

#### 6.2.6. Modélisation de la limite d'élasticité

A partir des différents mécanismes présentés précédemment, il est possible de remonter à la limite d'élasticité d'un matériau en combinant les différentes contributions, la manière la plus simple consistant à en faire une addition linéaire :

$$\sigma_{Tot} = \sigma_0 + \sigma_{SS} + \sigma_{JdG} + \sigma_{Dislo} + \sigma_{Précipités}$$

Selon le type de mécanismes de renforcement, le type de sommation utilisé dans le modèle de durcissement peut se présenter sous forme quadratique [81] ou sous forme mixte [82, 83].

### 6.3. Les mécanismes de durcissement à haute température

L'évolution des mécanismes de durcissement avec la température a pour première origine l'évolution du module de cisaillement  $\mu$  avec la température. Cependant, différents mécanismes de franchissement d'obstacles tels que les précipités ou encore les joints de grains sont activés lorsque la température augmente. Le franchissement des nanoparticules serait ainsi facilité par des mécanismes de montée des dislocations. En 1977, Shewfelt et Brown ont étudié la contrainte permettant à une dislocation de franchir une particule par montée purement « locale » [84]. En 1982, Arzt et Ashby ont confronté le modèle de montée « locale » avec un modèle de montée « générale » [85]. Cette comparaison a permis de mettre en évidence un accord raisonnable entre le comportement en fluage d'aciers renforcés par une dispersion de nanoparticules et le mécanisme de montée « locale ». Cependant, Rösler et Arzt montrent que la théorie de montée « locale » est en désaccord avec les résultats expérimentaux [86]. Des études plus récentes discutent d'une



interaction attractive entre la dislocation et les particules [87], suivie d'un mécanisme d'épinglage après le franchissement par montée [88, 89].

A haute température, le comportement des joints de grain ne se limite pas à un empilement des dislocations au niveau du joint. Des mécanismes d'accommodation de déformation ainsi que des phénomènes de glissement inter-grains sont souvent observés [53].

## **7. Conclusion de la bibliographie**

Les aciers ferritiques/martensitiques ODS, élaborés par métallurgie des poudres, possèdent de bonnes propriétés mécaniques à haute température (que ce soit en traction ou en fluage) notamment grâce aux nanoparticules d'oxydes, stables en température. Cependant l'état de précipitation n'est pas le seul paramètre microstructural intervenant dans le durcissement des aciers renforcés par une dispersion d'oxydes. En effet, la taille de grain, la densité de dislocations ainsi que la solution solide interviennent également dans le durcissement.

De nombreuses études microstructurales et mécaniques ont été effectuées sur différents aciers ODS afin de connaître les évolutions mécaniques et microstructurales selon la composition, selon la méthode d'élaboration, selon les recuits, etc... Cependant, du fait d'une microstructure extrêmement complexe obtenue après élaboration par filage, les mécanismes de déformation de ces matériaux restent encore mal compris. Afin de pouvoir conclure quant à la possible utilisation des aciers ODS en tant que gainage du combustible pour la quatrième génération de réacteur nucléaire, il est primordial de comprendre les mécanismes de plasticité et de clarifier le rôle de chaque paramètre microstructural sur l'évolution des propriétés mécaniques, principalement aux hautes températures.

## II. Matériaux et techniques expérimentales

### 1. Les matériaux de l'étude

L'un des objectifs de cette étude étant de comprendre l'influence des différents paramètres microstructuraux (taille de grain, état de la précipitation, densité de dislocation, solution solide) sur les propriétés mécaniques, une approche multi-échelles a été appliquée à un panel de matériaux dits « modèles » qui se distinguent par des différences sur ces paramètres microstructuraux. Des études antérieures portant sur la plasticité ont été effectuées sur des nuances ferritiques/martensitiques filées [37]. Cependant, la microstructure des aciers ferritiques/martensitiques, élaborés par filage, est extrêmement complexe (texture morphologique et cristallographique, forte densité de dislocations, tailles de grains diverses et variété de chimie et de taille de précipitation). Il a donc semblé nécessaire de passer par un moyen d'élaboration permettant de simplifier en partie la microstructure, notamment en s'affranchissant de la présence de la texture obtenue après filage. Ainsi, les matériaux dits « modèles », étudiés dans cette thèse, ont été principalement consolidés par compaction isostatique à chaud (CIC), qui comme indiqué au chapitre 1, est un procédé consistant à appliquer en température une contrainte isostatique sur un matériau. La température de consolidation est la même qu'appliquée lors du filage, soit 1100°C. Après consolidation, le matériau se présente sous la forme d'un lopin cylindrique dont le diamètre varie entre 40 et 64 mm et la hauteur entre 80 et 25 mm selon les nuances. La méthode d'élaboration des nuances « modèles » sera plus détaillée dans le chapitre suivant. Comme cela sera également présenté au chapitre suivant, l'élaboration de certaines nuances a toutefois nécessité de travailler à partir de nuances filées de diamètre 16 mm (l'élaboration classique par filage sera aussi brièvement décrite).

Composition nominale	Nom	Code SRMA	Conditions d'élaboration	Traitements thermiques post consolidation
Fe-14Cr-1W-0,3Ti-0,3Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	<b>Std-F</b>	J56	Filage 1100°C + recuit 1050°C/1h	-
Fe-14Cr-1W-0,3Ti-0,3Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	<b>Rc</b>	J56M2	Filage 1100°C + recuit 1050°C/1h	Déformation à froid + recuit 1400°C/1h
Fe-14Cr-1W-0,3Ti-0,3Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	<b>Std</b>	K05	CIC 1100°C, 1900 bars, 2 heures	-
Fe-14Cr-1W-0,3Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	<b>STi</b>	K17	CIC 1100°C, 1900 bars, 2 heures	-
Fe-14Cr-1W-1Ti-1Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	<b>FoR</b>	K18	CIC 1100°C, 1900 bars, 2 heures	-
Fe-14Cr-1W-0,05Ti-0,05Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	<b>FaR</b>	K19	CIC 1100°C, 1900 bars, 2 heures	-
Fe-14Cr-1W	<b>NR</b>	L23	CIC 1100°C, 1900 bars, 2 heures	-
Fe-14Cr-1W-0,3Ti-0,3Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	<b>GP</b>	K05M2	CIC 1100°C, 1900 bars, 2 heures	Recuit 1400°C/1h

**Tableau 3** : Tableau récapitulatif des nuances consolidées.

Le tableau 1 recense les différentes nuances qui ont servi aux travaux décrits dans la suite de ce manuscrit. Les nuances **Non Renforcée (NR)**, **Faiblement Renforcée (FaR)**, **Standard (Std)** et **Fortement Renforcée (FoR)** ont été élaborées pour étudier l'influence du taux de renforts sur la microstructure et les mécanismes de déformation. La nuance **Sans Titane (STi)** a été consolidée pour fournir une première analyse de l'effet de la chimie du matériau sur la microstructure (en particulier l'état de la précipitation) et les propriétés mécaniques. Les nuances **Gros Précipités (GP)** et **Recristallisée (Rc)** ont quant à elles été élaborées respectivement pour évaluer l'effet de la taille des nanoparticules et l'influence de la taille de grain sur les mécanismes de plasticité. Les nuances K05 et J56, respectivement dénommée **Std** (pour **Standard**) et **Std-F** (pour **Standard Filée**), sont issues de la thèse de M. Praud [37], des résultats complémentaires seront présentés.

## 2. Les moyens de caractérisation microstructurale

Afin de décrire la microstructure des différentes nuances aux échelles pertinentes, diverses techniques de caractérisation ont été utilisées, que ce soit à l'échelle macroscopique ou à l'échelle microscopique.

### 2.1. La diffraction des rayons X

La Diffraction des Rayons X (DRX) est une méthode d'analyse structurale permettant de déterminer la nature des différentes phases cristallines présentes au sein de la matière. La DRX est également utilisée pour mesurer l'indice de texture des matériaux cristallins.

Dans le cas de l'analyse des phases, un diffractomètre BRUKER D8 ADVANCE, situé au LA2M, a été utilisé. Le goniomètre est placé en mode « Bragg-Brentano », en configuration  $\theta$ - $\theta$ . L'échantillon reste fixe alors que le détecteur et la source monochromatique sont en mouvement. Cette analyse est régie par la loi de Bragg :

$$\lambda = 2d \sin \theta \quad \text{équation II.1}$$

Avec  $d$  la distance inter-réticulaire entre les plans cristallins,  $\lambda$  la longueur d'onde du rayonnement (ici égale à la longueur d'onde  $K_{\alpha}$  du cuivre 1,54 Å classiquement utilisé sur les aciers) et  $\theta$  l'angle de diffraction. Cette relation indique que les rayons X vont être diffractés pour certaines orientations spécifiques. Ainsi en fonction du positionnement des pics, il est possible de remonter au type de plan diffractant et à la nature des phases correspondantes.

Les analyses de texture sont effectuées sur le diffractomètre BRUKER D8 DISCOVER A25 du LA2M, équipé d'un berceau d'Euler  $\frac{1}{4}$  de cercle au centre duquel se situe une platine porte-échantillon mobile selon les 3 axes de directions. En plus d'une rotation  $\Omega$  de l'échantillon d'un angle  $\theta$  et de la rotation du détecteur d'un angle  $2\theta$ , le montage permet également de procéder à des rotations de type  $\chi$  et  $\varphi$  (Figure 19). Contrairement aux analyses de phases par diffraction des rayons X, les analyses de textures se font à l'aide d'une source de rayonnement fixe. Les mesures de texture consistent à analyser l'intensité diffractée pour une famille de plans  $\{hkl\}$  dans l'espace afin d'en identifier sa répartition. Tout comme pour les analyses structurales par DRX, la surface de l'échantillon étudié se doit d'être plane et polie miroir.

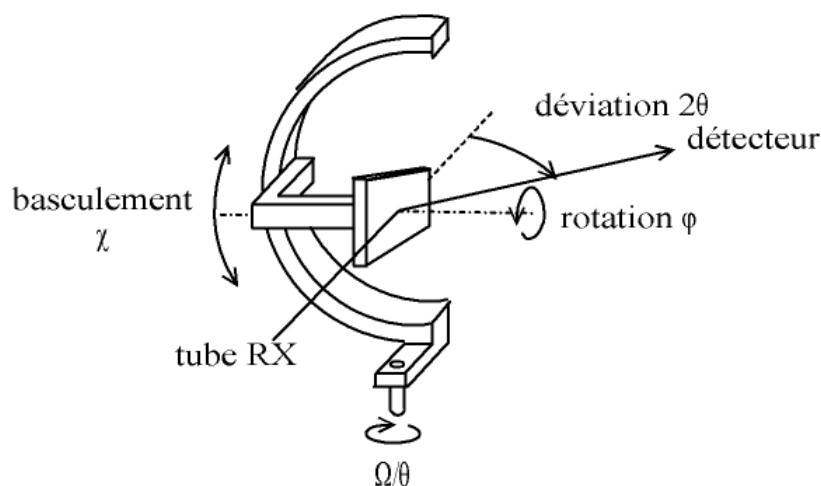


Figure 19 : Illustration du berceau d'Euler 1/4 de cercle.

## 2.2. La microsonde de Castaing

La microsonde de Castaing est une méthode d'analyse élémentaire mise en place par Raymond Castaing en 1951. C'est une technique d'analyse non destructive qui permet de détecter tous les éléments se situant après le Béryllium dans un volume de l'ordre du micromètre cube avec une sensibilité d'environ 100 ppm. Cette méthode de caractérisation microstructurale est basée sur le principe d'analyse de spectres de RX.

Les analyses ont été effectuées sur une microsonde de Castaing SX 100 CAMECA, installée au LA2M, avec une tension de 15 kV et un courant compris entre 10 et 100 nA. L'émission X, issue du matériau, est analysée par cinq spectromètres à dispersion de longueur d'onde (WDS pour Wavelength Dispersion Spectrometer), munis de 14 cristaux analyseurs. La surface de l'échantillon étudié se doit d'être plane et polie miroir. Cette technique a essentiellement été utilisée afin de vérifier l'homogénéité chimique des différentes nuances, que ce soit via des filiations ou via des cartographies X.

## 2.3. La microscopie électronique à balayage couplée à l'EBS

Le Microscopie Electronique à Balayage JEOL JSM-7001FLV, équipé d'un canon à émission de champ (MEB-FEG) et implanté au LA2M, a été utilisé pour observer la microstructure des matériaux élaborés. Les principaux modes d'observation utilisés sont :

- Le mode de détection classique, obtenu à partir des électrons secondaires émis après ionisation de la surface balayée. Du fait de l'obtention d'informations concernant le contraste topographique, ce mode de détection est principalement utilisé pour l'analyse des faciès de rupture.
- Le mode de détection des électrons rétrodiffusés, qui permet d'obtenir des informations concernant le contraste chimique de la surface de l'échantillon. En effet, les atomes les plus lourds réémettent un nombre plus important d'électrons rétrodiffusés par rapport aux atomes légers. Le mode de contraste cristallin, caractéristique d'une différence d'intensité d'émission selon l'orientation du cristal, est également utilisé.

Le MEB-FEG JEOL JSM-7001FLV est couplé à un système d'analyse EBSD (Electron BackScatter Diffraction). Cette technique est utilisée afin de déterminer l'orientation des grains, la distribution de

la taille de grain, la texture locale mais aussi pour discriminer les différentes phases cristallographiques.

Le principe de cette technique consiste à envoyer un faisceau d'électrons sur un échantillon polycristallin incliné d'environ 70°. Les motifs de diffraction des électrons rétrodiffusés sont dessinés sur un écran au phosphore, placé près de l'échantillon. Ces motifs de diffraction sont constitués de bandes qui se croisent. Ces bandes, qui sont caractéristiques de la structure cristalline de l'échantillon et de l'orientation, sont appelées bandes de Kikuchi. Chaque bande correspond à une famille de plans cristallographiques et la distance inter-réticulaire est liée à leur espacement. Les motifs sont transférés du détecteur à l'ordinateur dans le but d'indexer et déterminer l'orientation du polycristal.

De nos jours, l'indexation s'effectue automatiquement grâce à des algorithmes de détection des bandes sur le diagramme de Kikuchi numérisé. En pratique, les principaux paramètres que l'opérateur doit fournir au logiciel d'indexation automatique sont :

- la (ou les) structure(s) cristalline(s) possible(s)
- le nombre de bandes à utiliser pour la détermination de l'orientation (n parmi N)
- la tolérance angulaire sur la valeur des angles inter-bandes
- la prise en compte ou non de la largeur des bandes dans l'indexation.

Les analyses EBSD ont été effectuées à une tension d'accélération de 20 kV avec un angle d'inclinaison de 70° de l'échantillon par rapport à la caméra. Les cartographies d'orientation ont principalement été réalisées avec un grossissement de 330 et un pas de mesure de 0,37  $\mu\text{m}$ . Après acquisition, les cartographies EBSD sont nettoyées à l'aide du logiciel HKL afin de supprimer les bruits de fond. Les analyses EBSD nécessitant une excellente qualité de surface, illustrée par l'absence de rayure, les échantillons ont été polis mécaniquement avant d'être électropolis. L'électrolyte 721, contenant 70% d'éthanol, 20% d'éther monobutylique d'éthylène glycol et 10% d'acide perchlorique, a été utilisé à 5°C avec une tension de 27 V pendant 30 secondes. La profondeur d'analyse est d'environ 10 nm [90].

## **2.4. La microscopie électronique en transmission**

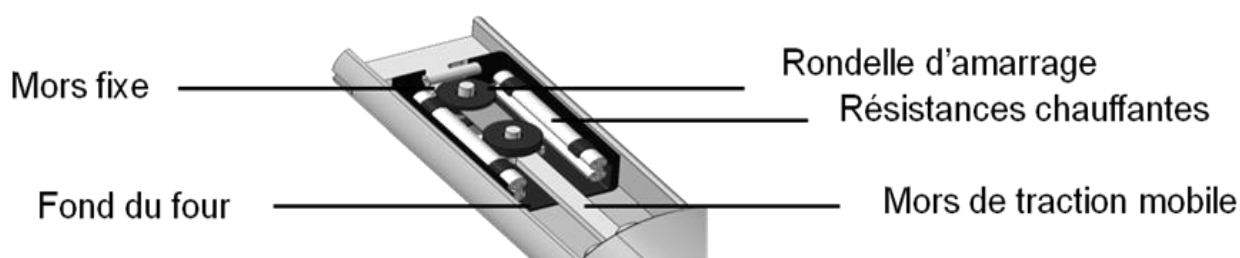
Le Microscope Electronique en Transmission (MET) permet d'analyser un faisceau d'électrons accélérés par une tension comprise entre 100 et 300 kV après avoir traversé un échantillon d'épaisseur typiquement de la centaine de nanomètres. Cette technique de caractérisation est principalement utilisée dans le but d'étudier de manière très fine la microstructure (grains, précipitation, densité de dislocations) des aciers ODS.

Le microscope utilisé pour les observations microstructurales est un MET-FEG (Field Emission Gun) JEOL 2010F, dont la tension d'utilisation s'élève à 200 kV. Il est également équipé d'un dispositif de microanalyse EDX (détecteur Oxford Instruments X-Max<sup>N</sup> 80T). Les pièces polaires permettent d'effectuer des observations en haute résolution.

L'échantillon étudié se présente sous forme de disque de 3 mm de diamètre, prélevé dans une plaquette amincie par polissage mécanique jusqu'à environ 80  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. L'amincissement final s'effectue par polissage électrochimique à l'aide d'un Tenupol Struers à double jets. Le polissage électrochimique peut se faire avec deux solutions : la première, contenant 70% d'éthanol, 20% d'éther monobutylique d'éthylène glycol et 10% d'acide perchlorique, est refroidie à 5°C alors que la seconde, contenant 90% d'éthanol et 10% d'acide perchlorique, est refroidie à -10°C. La première

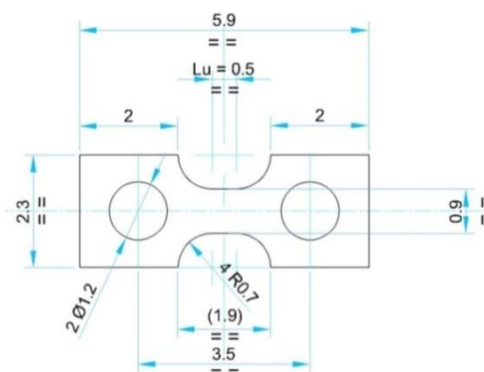
solution électrochimique a été la plus utilisée. Les conditions de polissage fixées sur l'appareil sont : une tension de 30 V pour une intensité de 170 mA.

Enfin, les expériences de déformations *in situ* dans un MET ont été réalisées au Centre d'Elaboration des Matériaux et d'Etudes Structurales (CEMES) à Toulouse sur un MET JEOL 2010. Ces expériences permettent de visualiser en dynamique le mouvement des dislocations, que ce soit à température ambiante ou à des températures bien plus élevées, et ce en traction ou en relaxation. Toutefois, la contrainte imposée ainsi que le taux de déformation ne peuvent être mesurés. Le porte-objet utilisé pour ces observations de traction *in situ* diffère quelque peu de celui utilisé en microscopie électronique en transmission conventionnelle. Le schéma du porte-objet est présenté sur la Figure 20.



**Figure 20** : Schéma du porte échantillon utilisé pour les observations de déformation *in situ* en MET.

Les éprouvettes ont été usinées selon le schéma présenté en Figure 21. Tout comme pour les observations conventionnelles, les éprouvettes sont amincies par polissage mécanique suivi d'une finition par électro-polissage.



**Figure 21** : Plan de l'éprouvette de traction utilisée pour les observations de déformation *in situ* en MET.

## 2.5. La diffusion des rayons X aux petits angles

Les mesures de diffusion des rayons X aux petits angles ont été effectuées au laboratoire de Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés (SIMaP) de l'INP Grenoble et sur la ligne D2AM (**D**iffraction et **D**iffusion **A**nomale **M**ultilongueurs d'**o**nde) de l'ESRF. La technique de Diffusion des Rayons X aux Petits Angles (DXPA ou SAXS pour Small Angle X-ray Scattering) permet de caractériser de manière quantitative en volume la distribution de taille des nanoparticules. Le principe de cette technique de caractérisation consiste à envoyer un faisceau de rayons X, généré par une anode tournante et dont la longueur d'onde est égale à la  $K\alpha$  du molybdène (pour les mesures au laboratoire), sur un échantillon poli miroir sur les deux faces et préalablement aminci jusqu'à 40  $\mu\text{m}$ . Les faisceaux qui diffusent dans le domaine angulaire d'étude (environ 5°) sont récoltés par un détecteur 2D PILATUS.

La diffusion des rayons X aux petits angles est régie par la théorie générale de la diffraction et les équations associées. Une onde incidente est diffusée par des objets individuels contenus dans l'échantillon. L'intensité diffractée est fonction du vecteur de diffusion  $q$  [91, 92, 93]. Le vecteur de diffusion  $q$  est proportionnel à l'inverse d'une distance et est souvent exprimé en  $\text{\AA}^{-1}$ . Dans le cadre de nos mesures SAXS, la gamme de vecteur de diffusion  $q$  est comprise entre 0,004 et 0,55  $\text{\AA}^{-1}$ .

Dans le cas des aciers renforcés par une dispersion d'oxyde, le modèle à deux phases (c'est-à-dire une phase précipitée dans la matrice) est privilégié. L'intensité intégrée diffusée  $Q_0$  s'exprime en fonction de la différence de densité électronique entre le précipité et la matrice ( $\rho_p - \rho_m$ ) et la fraction volumique de précipités  $f_V$  :

$$Q_0 = \int_0^\infty I(q) \cdot q^2 dq = 2\pi^2 (\rho_p - \rho_m)^2 f_V (1 - f_V) \quad \text{équation II.2 [93]}$$

Où  $I(q)$  est l'intensité diffusée au vecteur  $q$ . Lorsque le contraste électronique entre les deux phases est connu, il est possible de déterminer la fraction volumique des précipités à partir de l'intensité intégrée.

Lorsque le vecteur de diffusion  $q$  tend vers 0 (domaine de Guinier) il est possible d'obtenir des informations sur la forme et la taille des objets, à condition que ces derniers soient suffisamment éloignés les uns des autres pour que le signal ne soit pas affecté par le terme d'interférence. L'approximation de Guinier s'exprime de la façon suivante :

$$I(q) = (\Delta\rho)^2 V e^{(-\frac{q^2 R_g^2}{3})} \quad \text{équation II.3}$$

Où  $V$  est le volume de la particule et  $R_g$  le rayon de giration qui, dans le cas d'une répartition monodisperse de précipités de forme sphérique, est proportionnel au rayon  $R$  des particules :

$R_g = \sqrt{\frac{3}{5}} \times R$ . Pour une distribution en tailles de particules, la relation entre la taille moyenne de celles-ci et le rayon de Guinier mesuré dépend de leur forme, et notamment de la largeur caractéristique.

Les données SAXS peuvent être visualisées à l'aide de la représentation de Kratky ( $I \cdot q^2$  vs  $q$ ). Une autre mesure du rayon caractéristique des précipités, dite  $R_{max}$ , aussi appelé pseudo rayon de Guinier, peut être obtenue par mesure du vecteur de diffusion où  $I \cdot q^2$  passe par son maximum [92]. La fraction volumique est proportionnelle à l'intégrale sous la courbe de Kratky et peut être calculée lorsque la composition chimique des précipités est connue (cf équation II.2) [93]. Pour un matériau possédant une largeur relative à mi-hauteur de distribution de taille de précipité de l'ordre de 20%, les paramètres  $R_g$  et  $R_{max}$  sont proches du rayon moyen [94].

## 2.6. La dilatométrie et la calorimétrie

Afin d'évaluer les éventuelles transformations de phases au refroidissement des aciers depuis le domaine des hautes températures et le cas échéant tracer le diagramme de Transformation en Refroidissement Continu (TRC), des essais de dilatométrie ont été réalisés sur un dilatomètre de trempe DT1000 ADAMEL-LHOMARGY. Cette technique d'analyse thermique consiste à suivre les variations de dilatation d'un échantillon en fonction de la température et du temps. Ces variations sont caractéristiques d'une transformation de phase. Les courbes de dilatométrie, avec différentes vitesses de refroidissement, permettent de déterminer les températures de début et de fin de

transformation ainsi que le taux de phase transformée. Ces informations sont par la suite reportées sur un même graphique qui constitue le diagramme TRC.

La géométrie des échantillons ferritiques ODS, utilisés pour les analyses de dilatométrie, correspond à des pavés de dimensions 12x2x2 mm<sup>3</sup>. Les vitesses de refroidissement accessibles pour cette géométrie sont inférieures à 300°C/s. La faible vitesse de chauffe utilisée (de l'ordre de 10°C/s) permet de garder des conditions proches de l'équilibre.

Le suivi de transformation de phase des aciers ODS a également été réalisé à l'aide d'un calorimètre SETARAM haute température multi-HTC. Contrairement à la dilatométrie, la calorimétrie est basée sur la quantité de chaleur absorbée ou émise par l'échantillon, elle aussi représentative des transformations de phases subies par celui-ci.

### 3. Les moyens de caractérisation mécanique

#### 3.1. La dureté

Des mesures de microdureté Vickers ont été faites sur chacune des nuances de l'étude à l'aide d'un « LECO M-400 H2 Hardness Testing Machine ». Ces pointés de dureté ont pour objectif de visualiser l'homogénéité des matériaux après consolidation. Pour cela, des filiations sous une charge de 1 kg ont été réalisées sur des échantillons polis miroir.

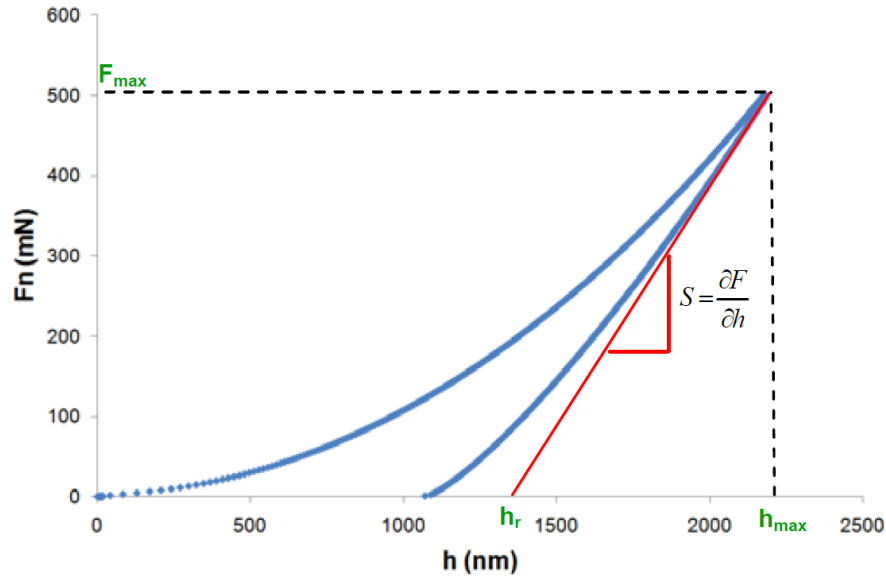
Afin de mettre en évidence une variation de la dureté entre différentes tailles de grains, des mesures de nano-indentation ont aussi été effectuées sur l'appareil Anton Paar (anciennement CSM Instrument) NHT<sup>2</sup> implanté au LA2M sur la nuance Std. L'indenteur, de géométrie pyramidale à base triangulaire (Berkovich modifié), descend lentement jusqu'à entrer en contact avec la matière. Par la suite, la pointe indente la matière jusqu'à ce que la force mesurée atteigne la force demandée (entre 0,1 mN et 500 mN). La dureté est déterminée non pas à partir des diagonales de l'empreinte, comme pour les essais de microdureté, mais à partir des courbes charge-déplacement (Figure 22) avec le modèle développé par Oliver et Pharr [95].

Ce modèle calcule la dureté en fonction de la profondeur de pénétration via l'équation suivante :

$$H = \frac{P_{max}}{A_C} \quad \text{équation II.4}$$

Avec  $P_{max}$  le chargement maximal et  $A_C$  l'aire de contact entre l'indenteur et l'échantillon.





**Figure 22** : Courbe charge-déplacement.  $F_{max}$  correspond à la force maximale,  $h_{max}$  au déplacement maximale et  $S$  à la raideur élastique après déchargement.

Pour un indenteur de type Berkovich, l'aire de contact  $A_c$  est déterminée par :

$$A_c = 24,56 \times h_c^2 \quad \text{équation II.5}$$

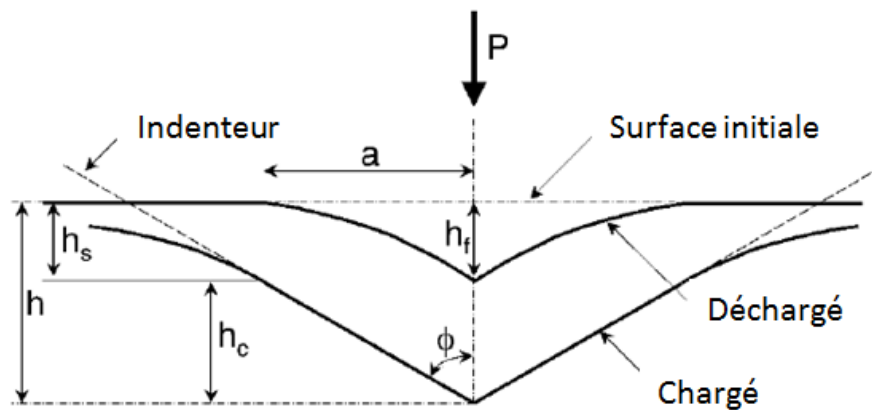
Comme illustré en Figure 23, la distance  $h_c$  équivaut à la différence entre la distance maximale  $h$  et la distance de pénétration  $h_s$ . La distance de pénétration s'exprime de la façon suivante :

$$h_s = \epsilon \frac{P_{max}}{S} \quad \text{équation II.6}$$

Avec  $\epsilon$  une constante dépendante de la géométrie de l'indenteur ( $\epsilon = 0,75$  dans notre cas) et  $S$  la raideur élastique déterminée à partir de la courbe de déchargement (Figure 22).

A partir des équations II.5 et II.6, l'aire de contact  $A_c$  s'exprime :

$$A_c = 24,56 \times (h - \epsilon \frac{P_{max}}{S})^2 \quad \text{équation II.7}$$



**Figure 23** : Illustration de la procédure de déchargement avec les paramètres caractéristiques de la géométrie de contact.

Dans le cadre de notre étude, les empreintes ont été réalisées sous des charges de 1 mN, 2 mN et 3 mN.

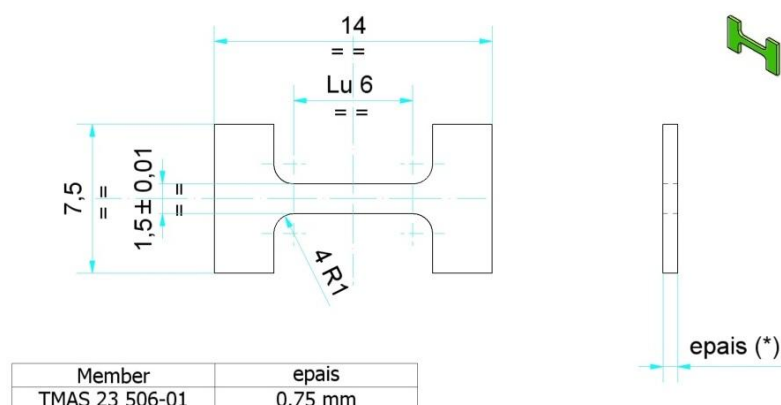
### 3.2. Les essais de traction

Les essais de traction ont été réalisés sur une machine électromécanique INSTRON 4507, implantée au Laboratoire d'étude du Comportement Mécanique des Matériaux (LC2M), sur une large gamme de température entre l'ambiante et 800°C (classiquement : 20°C, 400°C, 500°C, 600°C, 650°C et 800°C) et pour deux vitesses de sollicitation ( $7 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ). Les chauffes ont été réalisées à l'aide d'un four à lampes dont la température maximale est de 1800°C. Les mesures de force ont été effectuées à l'aide d'une cellule de force de 2 kN. L'utilisation de deux vitesses de sollicitation permet d'estimer la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation ( $S$ ). Des essais de traction avec sauts de vitesse ont également été réalisés afin de compléter cette analyse. Le paramètre  $S$  correspond à l'écart de contrainte observé entre deux vitesses de déformation :

$$S = \frac{\Delta\sigma}{\Delta \ln(\dot{\epsilon})} \quad \text{équation II.8}$$

De manière générale, ces essais de traction ont pour objectif de définir le comportement en traction des différentes nuances modèles. Ils permettent d'accéder à l'évolution de la limite d'élasticité ( $Rp_{0,2\%}$ ), de la contrainte maximale ( $Rm$ ), de l'allongement uniforme ( $Ag$ ) ainsi que de l'allongement total ( $At\%$ ) en fonction de la température. Ces essais donnent également des informations au sujet des mécanismes d'endommagement notamment à partir de mesures du coefficient de striction et de l'observation des faciès de rupture. Ces essais ont été réalisés sur des éprouvettes plates de longueur totale égale à 14 mm (6 mm de longueur utile), de largeur totale égale à 7,5 mm (1,5 mm pour la partie utile) et d'épaisseur égale à 0,75 mm (Figure 24).

Afin de suivre le degré d'anisotropie des propriétés mécaniques en traction, quelques éprouvettes ont aussi été testées dans le sens axial et circonférentiel pour la plupart des nuances consolidées.



**Figure 24** : Géométrie des éprouvettes de traction.

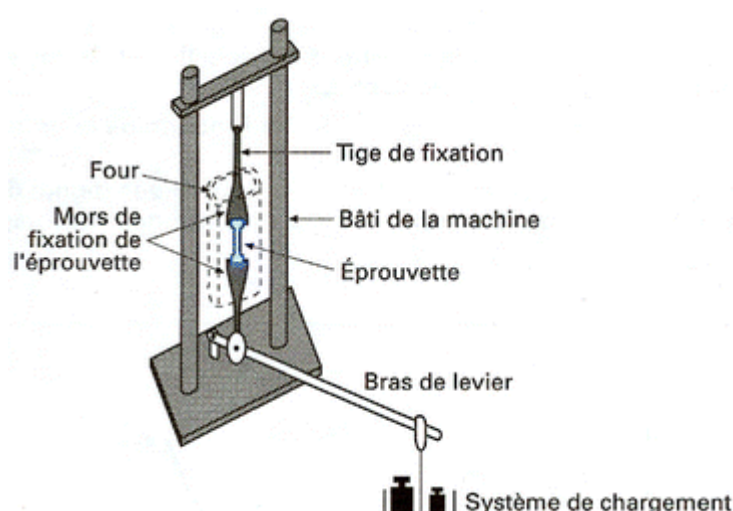
Le programme de dépouillement des essais de traction permet de redresser les courbes conventionnelles déformations/contraintes en les corrigeant de la rigidité de la machine. Les pentes d'élasticité sont recalées à partir du module d'Young, calculé à partir de mesures de fréquences de résonance sur une large gamme de température [96]. Les valeurs du module d'Young dans la gamme de température qui nous intéresse d'un acier ferritique Fe-14Cr-1W et d'un acier Fe-14Cr-1W renforcé par une dispersion d'oxyde sont présentées dans le Tableau 4.

Module d'Young	20°C	200°C	400°C	500°C	550°C	600°C	650°C	800°C
Acier Fe-14Cr-1W (GPa)	213,0	204,5	188,0	179,0	172,0	164,0	155,0	132,0
ODS Fe-14Cr-1W (GPa)	230,0	217,5	205,0	187,5	180,0	175,0	163,0	132,0

**Tableau 4** : Module d'Young d'une nuance ferritique Fe-14Cr-1W et d'une nuance ODS ferritique Fe-14Cr-1W.

### 3.3. Les essais de fluage

Les essais de fluage ont été effectués sur des éprouvettes cylindriques de différentes dimensions (Annexe 1) avec une charge constante sous air. Les machines utilisées sont de type TACS, produites par ADAMEL. La Figure 25 illustre le schéma du montage.



**Figure 25** : Schéma d'un essai de fluage sur une machine ADAMEL de type TAC.

Le lancement d'un essai de fluage passe par deux étapes préliminaires :

- une étape de mise en température de l'éprouvette. La chauffe s'effectue à partir d'un four tubulaire dont la température maximale est de 1000°C. Des thermocouples de type K permettent de contrôler la température de l'éprouvette.
- Une étape de mise en charge. Dans un premier temps, une précharge est appliquée afin de tendre la ligne d'amarrage et rattraper les jeux inhérents à la machine. La mise en charge doit être effectuée assez rapidement (1 à 2 minutes) afin de réduire au maximum le fluage durant cette période. Afin d'éviter les à-coups, la mise en charge, effectuée à l'aide d'un vérin électrique, doit se faire avec un incrément de la contrainte compris entre 3% et 5% de la contrainte appliquée. En outre, cette procédure permet d'avoir une bonne répétabilité sur les chargements en contrainte des éprouvettes.

L'essai est considéré en stade de fluage lorsque la charge est intégralement appliquée. La déformation est mesurée à l'aide d'un extensomètre placé dans les trous des têtes d'éprouvettes (Annexe 1).

Dans le cadre de notre étude, deux températures d'essai ont été appliquées (650°C et 700°C). Pour ces deux températures, des essais avec une contrainte similaire ont été réalisés afin d'étudier l'évolution du comportement en fluage avec la température des différentes nuances modèles.

### III. Elaboration et caractérisations microstructurales des différentes nuances modèles

#### 1. Etat de l'art

##### 1.1. Rôle des différents éléments chimiques

De nombreuses études, portant sur l'influence des différents éléments chimiques intervenant dans la composition des aciers ferritiques/martensitiques ODS, ont été menées afin d'optimiser leur microstructure ainsi que leurs propriétés mécaniques [97].

##### 1.1.1. Le chrome

Le chrome est l'un des éléments de base utilisé dans les aciers inoxydables. Il permet d'augmenter la résistance à la corrosion et à l'oxydation à chaud ainsi que la résistance mécanique avec un durcissement par solution solide. Comme l'illustre la Figure 4, une faible teneur en chrome (inférieure à 12% de Cr), permet d'avoir un contrôle sur la structure de grains via la transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha$  [98]. Cependant, en aval du cycle, les aciers à bas chrome sont plus difficiles à retraiter que les aciers à haut pourcentage de chrome [99]. En parallèle, plus la teneur en chrome est élevée, plus l'acier est fragilisé par la présence de précipités  $\alpha'$  riches en chrome, issus du phénomène de démixtion  $\alpha - \alpha'$ . D'autres phases intermétalliques riches en chrome, telles que les phases  $\sigma$ ,  $\chi$ , ainsi que des carbures de type  $M_{23}C_6$  sont aussi susceptibles de se former lors du vieillissement thermique [100].

##### 1.1.2. Le tungstène et le molybdène

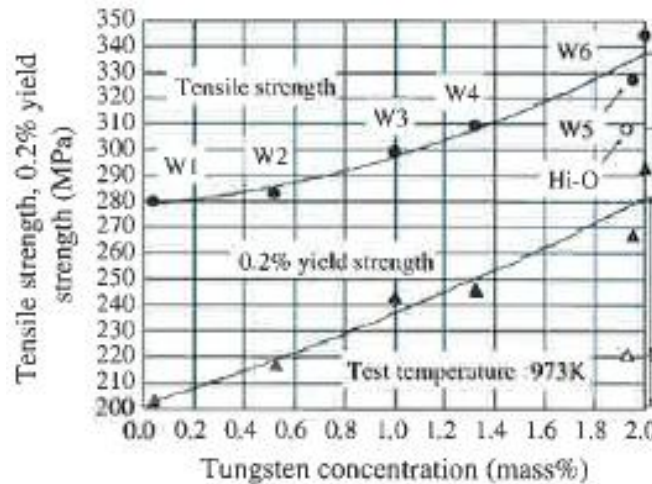
En 1977, Matsuo et al. a étudié l'effet d'éléments chimiques en solution solide, dont le tungstène et le molybdène, sur les propriétés mécaniques à haute température d'un acier austénitique 17Cr-14Ni [101]. Cette étude a mis en évidence une augmentation de la contrainte à rupture en fluage et une diminution de la vitesse de fluage secondaire lorsque la teneur en tungstène et/ou en molybdène augmente.

D'autres études, traitant de l'effet du tungstène dans un acier martensitique, confirment que lorsque le taux de tungstène augmente, les propriétés mécaniques en fluage deviennent meilleures (temps à rupture plus élevé et vitesse secondaire plus faible) [102, 103, 104].

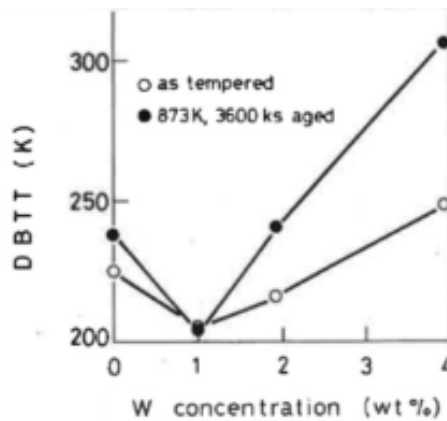
Récemment, Narita et ses collaborateurs se sont intéressés à l'apport du tungstène sur les propriétés mécaniques en traction. Ils montrent une augmentation de la limite d'élasticité à 700°C avec la concentration en tungstène (Figure 26). Ce gain est en partie lié au durcissement du tungstène [105] présent en solution solide [106].

Cependant, Abe et ses collaborateurs observent également une variation de la température de transition ductile-fragile (TTDF) avec la teneur en tungstène [103]. Comme l'illustre la Figure 27, la TTDF passe par un minimum avant de remonter pour des teneurs de tungstène élevées. L'augmentation de la TTDF est liée à la formation de phases de Laves  $Fe_2W$  qui fragiliseraient le matériau [107].

Il apparaît donc qu'une teneur en tungstène comprise entre 1% et 2% massique représente le meilleur compromis au regard de ces propriétés mécaniques.



**Figure 26** : Evolution de la résistance à la traction et de la limite d'élasticité à 700°C selon le pourcentage massique de tungstène [105].



**Figure 27** : Température de transition ductile-fragile (TTDF) en fonction de la concentration massique de tungstène d'un acier 9% de Cr [103].

### 1.1.3. L'yttrium

En 1992, Benjamin mène une étude sur les différents oxydes incorporés dans les matériaux ODS. Il confirme que l'utilisation d'oxyde de thorium – déjà utilisé par Coolidge pour renforcer le filament de tungstène d'une lampe à incandescence [108] – confère de bonnes propriétés mécaniques à haute température. En outre, il montre que l'oxyde d'yttrium possède des propriétés similaires à celles obtenues avec l'oxyde de thorium [109]. L'yttrium est donc privilégié puisqu'il permet d'éviter tous les problèmes liés à la radioactivité du thorium [110].

Dans une présentation, Inoue illustre l'apport de nanoprécipités d'oxydes d'yttrium insérés dans une matrice ferritique/martensitique (Figure 28) [111].

Les études menées par Ukai montrent également une amélioration des propriétés mécaniques, que ce soit en traction ou en fluage, lorsque le taux de renforts augmente [33].

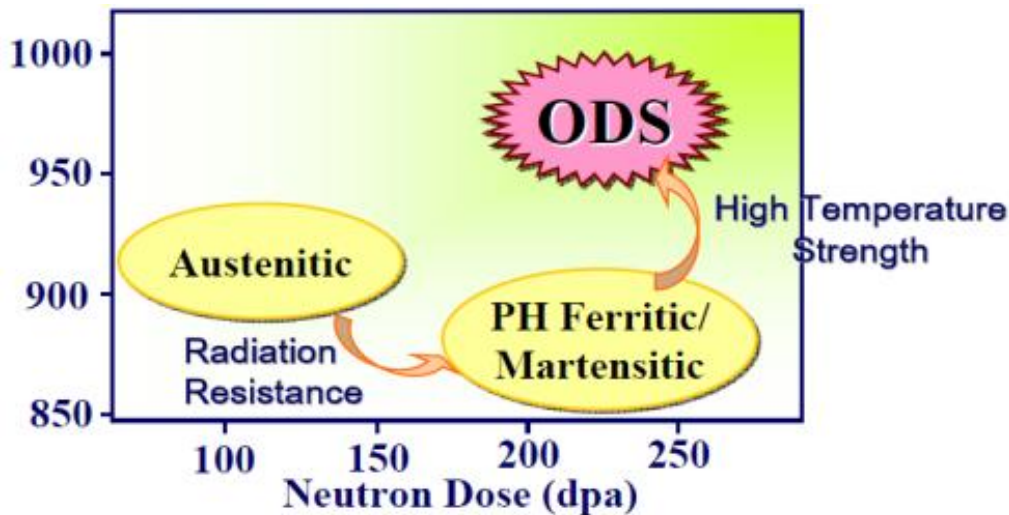


Figure 28 : Apport de la précipitation incorporée dans un acier ferritique/martensitique [111].

#### 1.1.4. Le titane

Lors de la mécanosynthèse, le titane et l'oxyde d'yttrium ajoutés pour produire les nanorenforts se dissolvent sous l'effet des chocs mécaniques [11, 112]. Selon les mesures de diffusion des neutrons aux petits angles réalisées par Couvrat, une précipitation mixte de type Y-Ti-O se forme ensuite à partir de 400°C, soit durant l'étape de dégauchage [113].

Contrairement à l'hypothèse faite par Dou, qui dit que le titane couplé avec du tungstène permet d'affiner la taille des nanoparticules [42], Okuda montre que le titane est l'élément responsable de cet affinement [31]. Les études de Kim, Ratti et Alinger confirment cet effet du titane sur la précipitation [106, 114, 115]. On observe également la présence de précipités grossiers riches en titane présents sous forme de carbures, de nitrure et/ou d'oxydes [11]. Selon Inoue, la teneur massique optimale en titane serait de 0,3% avec 0,25% d' $Y_2O_3$  [111]. Elle permettrait de contrôler la recristallisation tout en gardant de bonnes propriétés mécaniques (que ce soit en traction ou en fluage). Cependant, elle n'est valable que pour des aciers à base Fe-12%Cr. La teneur optimale en titane d'un acier ODS Fe-14Cr n'est que très peu discutée dans la littérature.

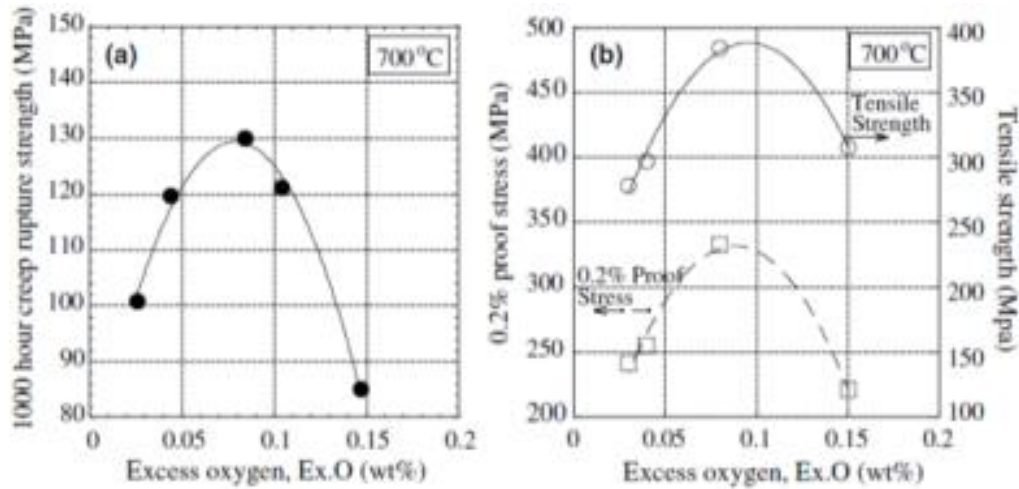
En 1993, Ukai et ses collaborateurs publient un article expliquant que le titane améliore la résistance mécanique en fluage des aciers ODS. En effet, lorsque la teneur en titane augmente, la contrainte à rupture en fluage augmente [32]. Il est en de même pour les propriétés en traction [28]. Cette amélioration des propriétés mécaniques des matériaux ODS est associée à la diminution de la taille des nano-particules [28].

#### 1.1.5. L'oxygène

L'oxygène, présent en excès, est un élément nécessaire pour la formation des nanoparticules d'oxydes complexes [116]. En outre, il permet de contrôler la microstructure d'aciers ODS martensitiques déformés par laminage à froid. En effet, lorsque le pourcentage massique de l'oxygène en excès dépasse les 0,13%, des aciers tels que MA957 ne recristallisent plus [116]. Ohtsuka et ses collaborateurs ont également étudié la stœchiométrie optimale des précipités grossiers de Ti-O permettant d'avoir la meilleure distribution de nano-oxydes au sein des grains. Ils préconisent des précipités de type  $TiO_x$  avec  $x$  autour de 1 [117].

Lorsque la teneur massique de l'oxygène en excès est trop élevée, les propriétés mécaniques diminuent [46, 118, 119]. Ohtsuka a étudié les propriétés en traction et en fluage d'aciers ODS 9%Cr

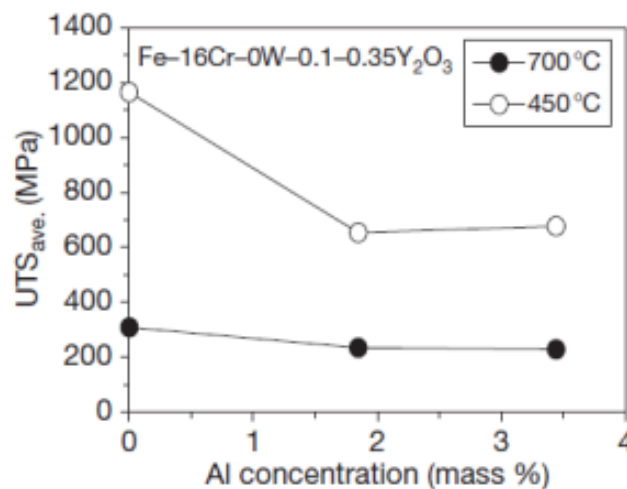
pour lesquels le taux d'oxygène en excès était contrôlé. Il montre que pour un pourcentage massique d'oxygène en excès égal à 0,08%, les propriétés mécaniques sont optimales (Figure 29) [120].



**Figure 29** : Fluage uni axial et propriétés de traction d'aciers 9Cr ODS contenant différentes concentrations d'oxygène ; (a) contrainte à rupture pour 1000 h de fluage, (b) limite d'élasticité et contrainte maximale en traction [120].

#### 1.1.6. L'aluminium

Utilisé dans les premières nuances, notamment dans le MA956 et le PM2000 avec un pourcentage massique compris entre 4 et 6%, l'aluminium permet d'améliorer la résistance à la corrosion grâce à la formation d'une couche passive d'alumine [121]. Cependant Furukawa a montré que la résistance mécanique en traction d'une nuance Fe-16Cr-0,1Ti-0,35Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, obtenue à température ambiante, chute lorsque l'on augmente le taux d'aluminium [122]. Cette chute des propriétés mécaniques peut s'expliquer par la formation de précipités grossiers riches en aluminium et en yttrium [123]. Comme l'illustre la Figure 30, la résistance maximale ne diminue que légèrement à 700°C lorsque l'on augmente le taux d'aluminium [122]. L'effet néfaste de l'aluminium sur les propriétés mécaniques est plus prononcé à 450°C. Ohtsuka et ses collaborateurs ont confirmé cet effet néfaste de l'aluminium sur les propriétés mécaniques [124].



**Figure 30** : Evolution de la résistance maximale en traction (Ultimate Tensile Strength) en fonction de la concentration massique d'aluminium [122].

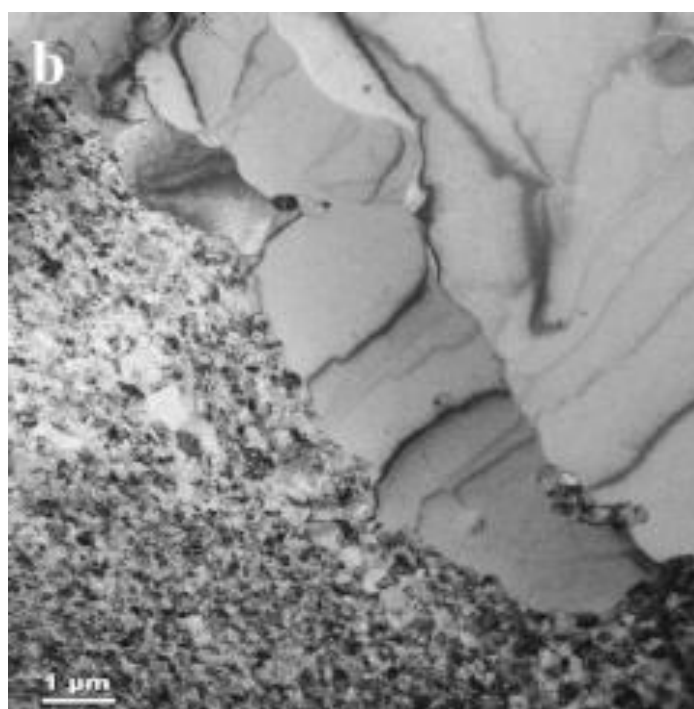
Malgré cette chute des propriétés mécaniques, les nuances 14/16Cr–4/5Al restent parmi les matériaux les plus étudiés ces dernières années [125, 126, 127, 128, 129, 130, 131].

#### 1.1.7. Autres éléments d'addition

Ukai et ses collaborateurs ont également étudié les effets microstructuraux liés à l'utilisation d'autres éléments d'addition. L'ajout de vanadium ou de niobium ne change rien à la microstructure. Ils confirment que le titane permet de réduire la taille des oxydes et montrent que cet affinement est reproductible en présence de zirconium [132]. Par la suite, Isselin et al. ont confirmé la diminution de la taille des précipités en présence de zirconium [133]. En outre, le zirconium permettrait d'améliorer la résistance à la corrosion des aciers ODS [121]. L'addition du silicium dans un acier Fe-12Cr-2,5W-0,4Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a récemment été étudiée. L'ajout de cet élément chimique améliore la résistance à l'oxydation ainsi que les propriétés en traction [134]. Cependant, le silicium est en compétition avec le titane pour la formation d'oxydes nanométriques complexes [135].

### 1.2. Microstructure d'aciers ODS élaborés par Compaction Isostatique à Chaud (CIC)

Eiselt [136] observe une microstructure bimodale pour un acier ferritique ODS 13% de Cr (Figure 31). L'acier 13% de Cr présente une microstructure bimodale avec de gros grains dont la taille est comprise entre 1 et 8  $\mu\text{m}$  et des grains nanométriques (entre 20 et 500 nm). Une distribution bimodale de grains a également été observée sur plusieurs aciers ferritiques ODS Fe-14Cr élaborés par compaction isostatique à chaud [137, 39, 138, 139, 140].



**Figure 31** : Microstructure d'un acier ODS 13% de Cr consolidé par CIC [136].

Récemment, Oksiuta et ses collaborateurs ont étudié l'influence de la pression, appliquée lors de l'étape de consolidation à chaud, sur la microstructure d'aciers ferritiques Fe-14Cr ODS. Ils retrouvent une distribution bimodale de la taille de grain. En outre, ils observent une augmentation de la densité ainsi qu'une diminution de la porosité lorsque la pression augmente [141]. L'influence

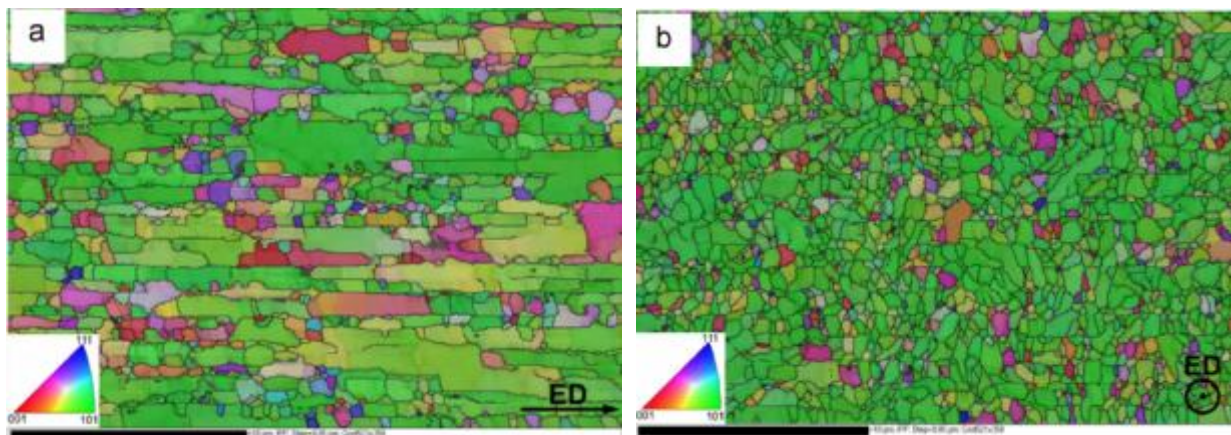


du temps de broyage avant CIC sur la microstructure a également été étudiée. Il a été mis en évidence une augmentation des zones à grains submicroniques lorsque le temps de broyage diminue [142].

D'après les études menées par Gentzbittel [12] et Cayron [143], la microstructure d'un acier ODS ferritique/martensitique, consolidé par compaction isostatique à chaud, est composée de grains équiaxes. Cayron [143] illustre le fait qu'après CIC, on observe une microstructure bimodale pour la nuance 9% de Cr ODS EUROFER 97. Toutefois, après un traitement thermique de trois heures à 1300°C suivi d'un recuit d'une heure à 1150°C et d'un refroidissement en four, la microstructure de l'acier EUROFER 97, comportant 0,2% d'yttrium, devient monomodale avec des grains équiaxes remplis de lattes de martensites. Cette formation de lattes de martensite a également été observée par De Castro [144, 145]. En outre, Cayron [143] montre que la teneur en oxyde d'yttrium a pour effet de retarder la restauration laissant place à une microstructure bimodale. Cela est dû à un ancrage des joints de grain par les nanoparticules, ralentissant la croissance des grains [137].

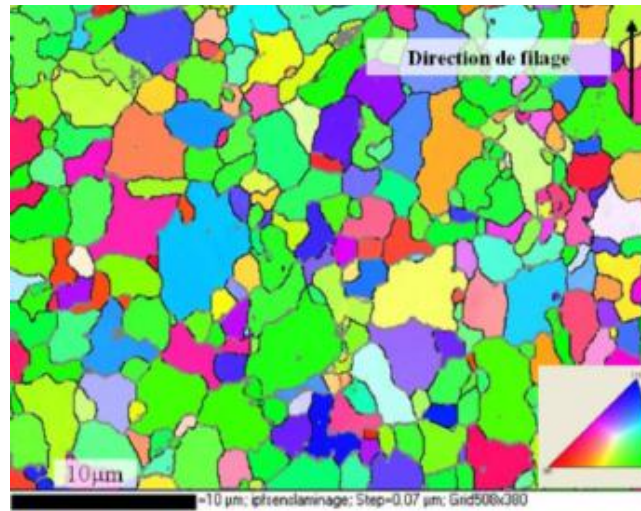
### 1.3. Microstructure d'aciers ODS élaborés par filage

Garcías-Junceda [146] montre par EBSD (Electron BackScatter Diffraction) que la microstructure d'un acier ferritique ODS 14Cr est composée de grains allongés dans le sens de filage et de petits grains équiaxes (Figure 32). Cette texture morphologique est doublée d'une texture cristallographique très prononcée, qui est obtenue en majorité pour des aciers ferritiques de géométrie axisymétrique (tube ou barre), sous la forme d'une texture fibrée dans la direction de filage  $\langle 110 \rangle$  [36]. Dans le sens transverse, une distribution de grains submicroniques équiaxes est observée. Les grains allongés font quelques microns de long pour quelques centaines de nanomètres de large. Ainsi, le facteur de forme des grains (GAR : Grains Aspect Ratio = rapport de la longueur sur la largeur) peut aller de 2,5 [35] à 10 [19]. Ce type de microstructure allongée est également observé dans d'autres études [35, 147, 47, 148, 149]. Karch a étudié l'évolution de la microstructure d'acier ODS à base Fe-14Cr au cours du filage. Il montre qu'avant de rentrer dans la filière la matière est composée d'une microstructure très similaire à celle d'un acier ferritique ODS consolidé par CIC. Dès lors que la matière rentre dans la filière, les grains s'allongent et se réorientent dans la direction de filage [150].



**Figure 32** : Analyses EBSD de la microstructure d'un acier ODS 14Cr filé : Microstructure allongée dans le sens de la direction d'extrusion (Extruded Direction "ED") a), microstructure composée de grains équiaxes dans le sens transverse b) [146].

Quant aux nuances ferritiques/martensitiques filées, elles présentent une microstructure composée de grains équiaxes de tailles variées (Figure 33) [38]. La différence de microstructure obtenue entre une nuance ferritique filée et une nuance ferritique/martensitique filée est due à la transition de phase à haute température.



**Figure 33 :** Illustration d'une microstructure d'acier ODS 9Cr-1W filée par EBSD [38].

Enfin, comparés aux aciers ODS consolidés par filage, les matériaux élaborés par CIC comprennent une faible densité de dislocations [136, 37]

#### 1.4. Etat de la précipitation

#### 1.4.1. L'apport de la précipitation

Comme l'illustrent Dou, Boulnat ou encore Badjeck, la précipitation permet principalement d'ancrer les joints de grain [42, 151, 152]. En outre, elle permet de ralentir le mouvement des dislocations par ancrage [37].

En 2002, Klueh et al. ont caractérisé les nuances 12Y1 (nuance Fe-12Cr renforcée par de l'yttrium) et 12YWT (nuance Fe-12Cr-2,5W renforcée par du titane et de l'yttrium) [28]. La taille des précipités pour la nuance 12Y1 est estimée entre 10 et 40 nanomètres alors que la précipitation de la nuance 12YWT possède une taille comprise entre 1 et 5 nanomètres. Klueh et ses collaborateurs montrent que les propriétés en traction et en fluage de la nuance 12YWT sont meilleures que celles obtenues avec la nuance 12Y1. Il apparaît que les propriétés mécaniques sont améliorées lorsque la taille moyenne des oxydes est très petite (quelques nanomètres). A l'aide d'observations par MET, Couvrat observe quant à lui une précipitation plus fine lorsque la température de consolidation est plus faible [113].

En faisant varier de manière contrôlée la teneur massique de poudre d'oxyde d'yttrium incorporée dans une matrice ferritique (Fe-14Cr-3W-0,4Ti), Hoelzer a étudié l'influence de la densité de nano-renforts. La densité de précipités est de l'ordre de  $10^{23} - 10^{24} \text{ m}^{-3}$ . Cet ordre de grandeur est généralement rapporté dans la littérature. Comme l'illustrent les résultats de traction, il montre que les propriétés mécaniques sont meilleures lorsque la densité de nano-renforts augmente [153]. Il est tout de même préférable de renforcer l'acier ferritique/martensitique avec une fraction volumique d'oxyde d'yttrium comprise entre 0,2% et 0,5% afin de limiter la perte de ductilité [13]. La fraction volumique optimale de renforts permettant de garder un bon compromis entre les propriétés mécaniques et la ductilité du matériau serait donc de 0,3% [113].

#### 1.4.2. La nature des particules

Selon la composition de l'acier, les précipités seront de natures chimiques différentes. Ainsi, Kim [154] et Larson [155] observent la présence de nanoprecipités de type Y-Ti-O dans un acier 12YWT (Figure 34). De leur côté, De Castro [156] et Marquis [157] remarquent la présence de particules de type Y-Cr-O dans une nuance ODS Fe-12Cr sans titane. Hsiung et al. ont de leur côté identifié des précipités de types Y-Al-O [127] dans un acier 16Cr-4Al. Enfin, Aleev remarque la présence de composés mixtes de type Y-V-O dans un acier 9CrWVTa-0,5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [158].

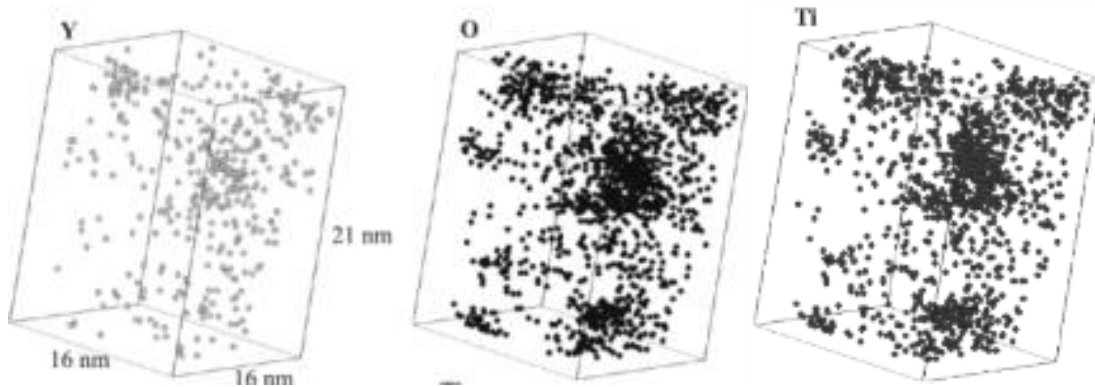


Figure 34 : Distribution 3D des éléments Y, O et Ti mesurés par SAT dans un acier 12YWT [154].

La microstructure des aciers ferritiques ou ferritiques/martensitiques est composée de particules, dont la taille varie entre 1-2 nanomètres et quelques centaines de nanomètres. Selon Sakasegawa, la chimie des précipités évolue en fonction de leur taille [44].

##### 1.4.2.1. Les précipités microniques

Les particules microniques observées dans la nuance MA957 sont des oxydes d'aluminium [44]. Ces oxydes indésirables proviennent d'une contamination lors de l'atomisation des poudres. En effet, l'aluminium est utilisé afin de limiter la quantité d'oxygène dissous dans le bain d'acier liquide.

##### 1.4.2.2. Les gros précipités nanométriques (50 nm à 200 nm)

Les aciers renforcés par une dispersion d'oxydes d'yttrium et comportant du titane présentent des particules dont la taille est comprise entre 50 et 150 nanomètres. Ces gros précipités indésirables correspondent à des oxydes de titane TiO<sub>2</sub> [159]. Ils sont en grande partie localisés au niveau des joints de grain et diminuent la ductilité du matériau [160]. La formation de ces oxydes de titane pourrait être liée à un apport externe d'oxygène contribuant à l'oxydation du titane à la surface des grains de poudre durant l'étape de consolidation. Selon les études effectuées par Sakasegawa sur l'acier MA957, ces oxydes de titane sont enveloppés d'une couche d'yttrium [161]. Cette structure cœur/coquille a également été observée par Yamashita et ses collaborateurs [162]. En l'absence de titane, des oxydes grossiers sont encore observés mais cette fois-ci ils sont riches en chrome [156]. Des carbures de chrome d'environ 100 nm et de type M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> ont également été identifiés dans des aciers ODS 9% Cr [163] et dans des aciers ODS 14% Cr [149].

##### 1.4.2.3. Les nanoprecipités

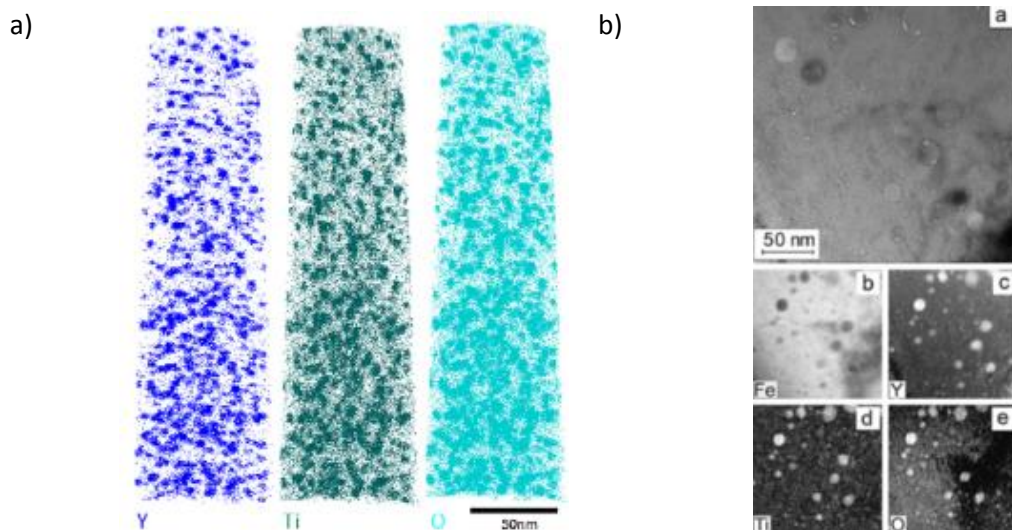
Comme illustré Figure 34, des oxydes nanométriques complexes de type Y-Ti-O se forment au sein d'un matériau ODS 12YWT. Ces oxydes mixtes sont également présents dans les aciers ODS

ferritiques élaborés au CEA [35, 45, 164, 165], dans les aciers 14YWT [166, 167] et dans des aciers 9% de Cr RAFM (Reduced-Activation Ferritic-Martensitic) ODS [168] (Figure 35).

Comme le souligne Unifantowicz [166], cinq types de précipités complexes ont été répertoriés jusqu'à maintenant :

- Les oxydes  $Y_2Ti_2O_7$  de structure pyrochlore correspondant aux oxydes les plus fréquents et les plus stables [169, 170].
- Les oxydes non-stœchiométriques  $Y_xTi_yO_z$  pour les plus petites particules [161].
- Les oxydes  $Y_2TiO_5$  de structure orthorhombique [171].
- Les oxydes de structure orthorhombique appelés PyroOrtho, correspondant à un mixte d'oxyde d'yttrium ( $Y_2O_3$ ) avec des phases pyrochlores [172].
- Des oxydes  $YTiO_3$  identifiés par Alinger à l'aide de diffusion des neutrons aux petits angles [115].

Récemment, des études par SAT ont toutefois mis en évidence l'existence d'une précipitation nanométrique dont la nature chimique est  $YTiO_2$  [173].



**Figure 35 :** a) Reconstruction d'une pointe de SAT d'un acier 14YWT [166], b) Images EFTEM de particules ODS présentes dans un acier RAFM [168].

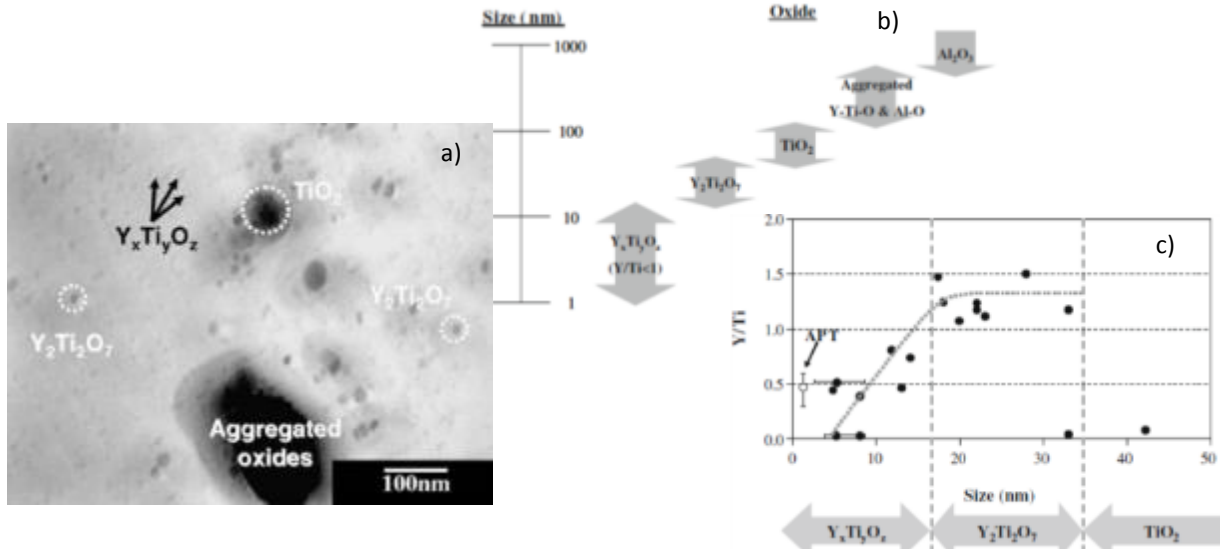
La Figure 36 résume les différentes familles de particules identifiées selon leur taille dans un acier MA957 [44].

Selon une étude récente de Ribis, la forme des nanoparticules varie selon la nature chimique et la taille de ces derniers. Les oxydes  $Y_2Ti_2O_7$  de rayon supérieur à 1 nm sont plutôt cubiques alors que les oxydes  $Y_2O_3$  sont plutôt de forme sphérique ou cuboïdale [174].

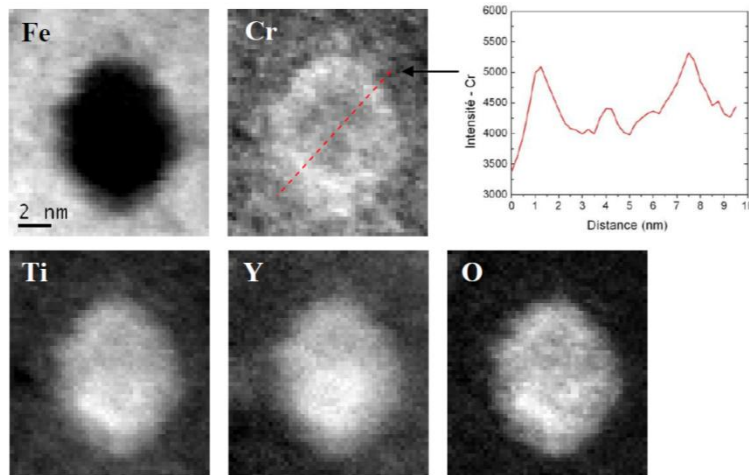
Les particules nanométriques sont le plus souvent observées avec une structure cœur/coquille. L'oxyde d'yttrium, correspondant au cœur de la structure, est enveloppé par un oxyde de chrome [157, 165, 152]. Des études par énergie filtrée (EFTEM) [175], par spectroscopie par pertes d'énergie d'électrons (communément appelée EELS) [113, 176, 177] et par SAT [178, 179, 180] confirment la présence d'une structure de type cœur-coquille pour certaines nanoparticules au sein de différentes nuances ODS. Le cœur est enrichi en yttrium et en oxygène (avec la présence de titane selon la nuance) et est entouré d'une coquille généralement riche en chrome (Figure 37). Hirata et al. ont



observé la structure cœur-coquille avec une forte cohérence de la coquille avec la matrice et un cœur fortement lacunaire (environ 10% atomique) [177].



**Figure 36 :** Image MET d'une réplique extractive de MA957 regroupant les différentes familles de précipités identifiées a) et classées selon la taille des particules b). Evolution du rapport Y/Ti en fonction de la taille des précipités c) [44].

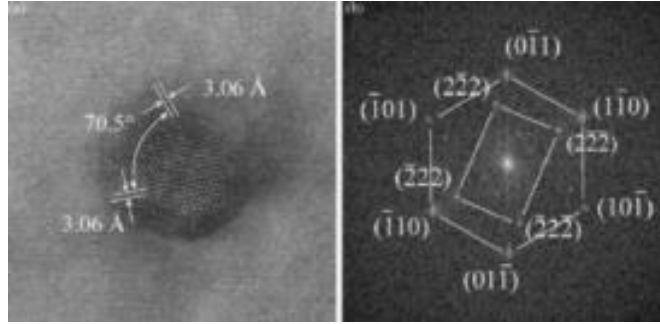


**Figure 37 :** Cartographies EELS d'un précipité de rayon 4 nm.

#### 1.4.3. Structure cristalline, cohérence et énergie interfaciale

La structure cristalline, le degré de cohérence ou encore l'énergie interfaciale des particules peuvent être déterminés par microscopie électronique en transmission en haute résolution (MET-HR).

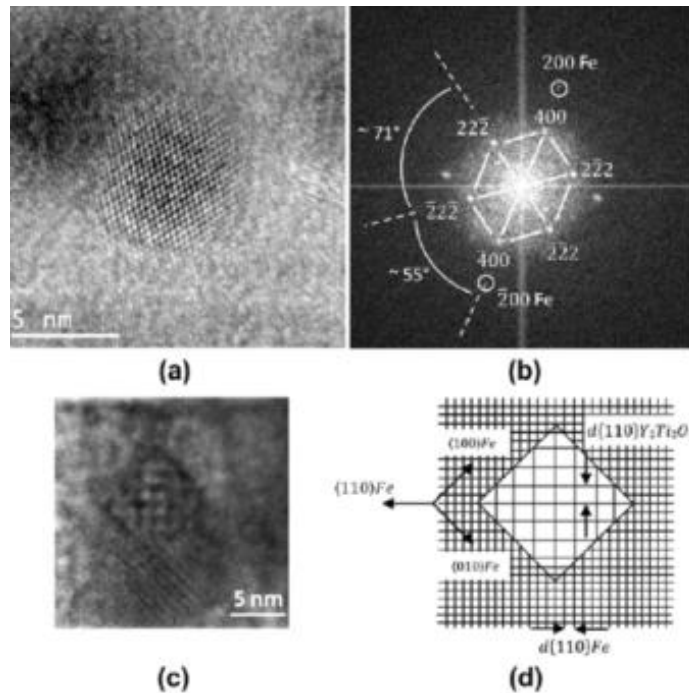
En 2003, Klimiankou a étudié la structure cristalline ainsi que la cohérence des particules présentes au sein de la microstructure d'un acier ODS EUROFER 97 dépourvu de titane (Figure 38). Il montre que les précipités d'oxyde d'yttrium, qui se forment pendant le procédé de CIC, possèdent une structure cristalline cubique centrée. La transformée de Fourier indique une relation d'orientation cristallographique de la particule avec la matrice ferritique. En effet, le plan  $(1\bar{1}\bar{1})$  de la particule est parallèle au plan  $(1\bar{1}0)$  de la matrice. En outre, la direction  $[111]_{\text{Matrice}}$  est parallèle à la direction  $[110]_{\text{Particule}}$  [181].



**Figure 38** : Image MET-HR d'une particule  $Y_2O_3$  incorporée dans la matrice ferritique a) et transformée de Fourier de l'image MET-HR b) [181].

En 2004, Yamashita étudie la formation des oxydes complexes Y-Ti-O [170]. Ce dernier prétend que les oxydes complexes Y-Ti-O sont toujours incohérents avec la matrice. Or en 2012, Ribis montre que les conditions de cohérence sont respectées entre la structure pyrochlore d' $Y_2Ti_2O_7$  et la structure cubique centrée de la matrice ferritique dans le cas d'une relation cristallographique cube sur cube entre le précipité et la matrice (Figure 39) [174]. D'autres relations d'orientation cristallographique de la particule avec la matrice ferritique sont également rapportées dans la littérature [182, 183, 184].

Le degré de cohérence entre une particule et la matrice qui l'enveloppe représente un paramètre important. Il joue principalement un rôle au niveau des interactions particules/dislocations et donc, de manière plus générale, sur la plasticité du matériau.



**Figure 39** : Image d'une particule  $Y_2Ti_2O_7$  observée au MET-HR a) avec sa transformée de Fourier de type pyrochlore b). Image MET-HR à faible fréquence spatiale c) et représentation schématique de la particule intégrée dans la matrice d) [174].

Ribis a également calculé les énergies interfaciales pour les particules  $Y_2Ti_2O_7$  et  $Y_2O_3$  [174]. L'oxyde de type pyrochlore présente une énergie interfaciale, égale à  $260 \text{ mJ m}^{-2}$ , plus faible que celle obtenue pour la particule d'oxyde d'yttrium ( $350 \text{ mJ m}^{-2}$ ). Cette observation permet de

comprendre en partie la raison pour laquelle les précipités de type  $Y_xTi_yO_z$  possèdent une croissance limitée à haute température par rapport aux précipités  $Y_2O_3$ .

## 1.5. Evolution de la microstructure à haute température

### 1.5.1. Stabilité thermique des précipités

Il est important de s'assurer que les aciers renforcés par une dispersion d'oxydes nanométriques présentent de bonnes propriétés mécaniques à haute température. Ce maintien de la résistance au fluage à haute température nécessite une bonne stabilité thermique des nanoparticules. Les premières études de stabilité thermique d'aciers ODS Fe-20Cr-5,5Al ont été effectuées par Krautwasser en 1994. Il observe une bonne tenue en température des dispersoïdes jusqu'à des températures de l'ordre de 1150°C [185].

Récemment, Zhong a étudié l'évolution en température des oxydes complexes d'un acier ODS 14Cr-1W-0,3Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [186]. L'acier ODS ferritique a subi divers traitements thermiques sous vide secondaire avec des températures comprises entre 1250°C et 1450°C et des temps de recuits allant d'une demi-heure à 3 heures. Une très faible variation de la précipitation est notée à 1250°C, illustrant le début de croissance des renforts. Ces résultats sont en accord avec des études antérieures sur du MA957 qui indiquaient la croissance des nanoparticules pour des traitements thermiques à 1300°C [187, 188].

Cependant, comme l'illustre Cunningham, l'évolution de la précipitation peut également dépendre du temps de maintien en température. Ainsi, pour des traitements thermiques à 1000°C pendant 19500 heures une croissance des particules a été observée [189]. Cette dépendance avec le temps de maintien en température a aussi été reportée dans d'autres publications [188, 190, 191].

### 1.5.2. Evolution de la taille de grain après traitements thermiques et thermomécaniques

#### 1.5.2.1. Effets de la température sur la taille de grain.

Dans son étude impliquant des traitements thermiques de 3000 heures sur la microstructure d'un acier ferritique MA957, Miao a observé une stabilité des grains pour des températures allant jusqu'à 1000°C [192].

Une croissance de grains assez modérée est observée sur un acier Fe-18Cr-1W-0,3Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> à partir de 1350°C [113]. Selon le Tableau 5 reprenant les valeurs présentées par Zhong, on observe une croissance de grains d'environ 18% après traitement thermique à 1400°C pendant une heure sur une nuance Fe-14Cr-1W-0,3Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> filée [193].

	Etat initial	Traité thermiquement 1h à 1400°C
Diamètre moyen des grains (nm)	680	800

**Tableau 5** : Taille de grain moyenne de la nuance Fe-14Cr-1W-0,3Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> filée, déterminée par Zhong, en fonction du traitement thermique [193].

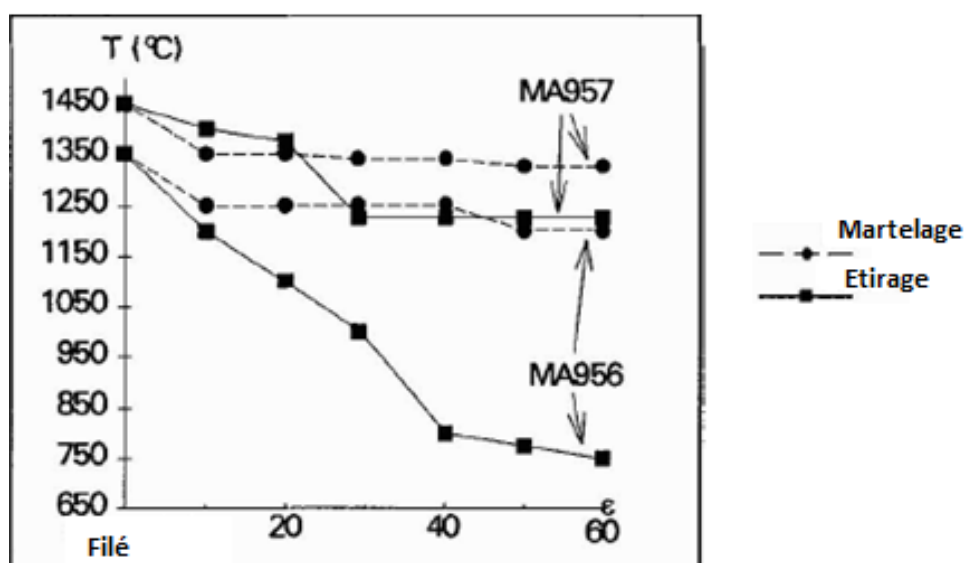
Ces résultats permettent d'affirmer la stabilité de la microstructure d'un acier ferritique ODS à haute température, pour une température inférieure à 1250°C.

### 1.5.2.2. La recristallisation des aciers ferritiques ODS.

La recristallisation est un phénomène thermiquement activé qui se traduit par la formation de nouveaux grains dépourvus de dislocations. Un acier conventionnel recristallise pour des températures de recuit de l'ordre de  $0,6 T_f$ .

Les premières études, portant sur la recristallisation d'un acier renforcé par une dispersion d'oxydes, indiquent que la température minimale à partir de laquelle il est possible d'observer une microstructure composée de grains recristallisés est proche de la température de fusion  $T_f$  (entre 0,9% et 0,95% de  $T_f$ ) [194]. Cela est confirmé par H. Réglé qui montre que la température de recristallisation de l'acier ferritique ODS MA956 est d'environ 1350°C (Figure 40) pour une température de fusion d'environ 1510°C [23]. La différence de température de recristallisation observée entre un acier conventionnel et un acier ODS est liée à la présence des nanoprécipités. En effet, ces derniers épinglent les joints de grain augmentant la température critique avant croissance des grains [195, 196]. En outre, les germes recristallisés croissent par migration des joints de grain. Dans un acier conventionnel, la distance séparant les jonctions de joints de grain étant grande, la migration des joints de grain n'est pas retardée. Au contraire, comme souligné précédemment, les aciers ODS élaborés par métallurgie des poudres présentent une microstructure à petits grains dont les joints de grain triples agissent comme des points d'ancrage lors de la croissance de grain [197].

Le phénomène de recristallisation est fonction de divers paramètres tels que la composition chimique du matériau [151], l'homogénéité de la microstructure [198], le procédé de déformation [199] et la méthode de consolidation. Selon Ukai [116], en plus d'apporter de bonnes propriétés mécaniques, la teneur en oxyde d'yttrium est un paramètre important pour la recristallisation. Il conseille d'introduire au maximum 0,25% d' $Y_2O_3$  afin de garder un contrôle sur la recristallisation. De son côté, Capdevilla a étudié l'influence d'une déformation hétérogène à froid sur la température de recristallisation [24, 200]. Il observe une diminution de la température de recristallisation dans les zones les plus déformées. Réglé et Alamo ont également montré que lorsque l'on déforme à froid le matériau, la température de recristallisation diminue. Elles indiquent également qu'une déformation par étirage à froid est plus favorable pour diminuer la température de recristallisation qu'une déformation par martelage à froid (Figure 40) [23].



**Figure 40** : Evolution de la température de recristallisation des aciers MA956 et MA957 selon le taux de déformation et le procédé de déformation [23].



## 2. L'élaboration des nuances d'étude

Des poudres atomisées par la société Aubert & Duval ont été broyées dans un attriteur à billes vertical, situé au Laboratoire de Technologie des Matériaux Extrêmes (LTME<sub>x</sub>) du CEA de Saclay. Les poudres ont été broyées pendant 10 heures, sous une atmosphère neutre (argon). Par la suite, ces poudres broyées ont été mises en gaine puis dégazées à 300°C ou 400°C, selon la nuance, pendant 2 heures sous vide secondaire ( $< 10^{-5}$  Pa). Enfin, les nuances ont été consolidées par Compaction Isostatique à Chaud (CIC) à 1100°C, sous une pression de 1900 bars, pendant deux heures. La vitesse de chauffe et de refroidissement est de 800°C/h. La CIC a été réalisée soit par la société Bodycote, soit par le CEA-LTME<sub>x</sub>. Pour la nuance filée ayant servi à l'élaboration de la nuance recristallisée, seule l'étape de consolidation diffère. La billette a été chauffée à 1100°C pendant 1h puis filée au LTME<sub>x</sub> dans une presse de 575 tonnes avec une filière de section circulaire avec un rapport de filage de l'ordre de 13 et une vitesse du fouloir de 25 mm/s.

Afin d'affiner la compréhension des mécanismes de plasticité, ces nuances modèles ont été élaborées en faisant varier, de manière contrôlée, différents paramètres microstructuraux. La teneur indiquée sur chaque composition nominale est exprimée en pourcentage massique.

### 2.1. Nuances obtenues par consolidation par CIC

Les trois premières nuances renforcées par une dispersion d'oxydes ont été consolidées à partir d'une poudre pré-alliée Fe-14Cr-1W, cobroyée dans l'attriteur avec une poudre TiH<sub>2</sub> et une poudre Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Ces aciers ODS ont pour objectif l'étude de l'influence du taux de renforts sur la microstructure et les propriétés mécaniques. Parmi ces nuances d'acier ODS, on trouve une nuance de composition standard Fe-14Cr-1W-0,3Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, appelée par la suite **Std**. La composition nominale des deux autres aciers ODS est basée sur cette nuance de référence, à la différence près que la teneur massique en TiH<sub>2</sub> et en Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a été modifiée. Néanmoins, un rapport TiH<sub>2</sub>/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> égal à 1 a été conservé. On a donc une nuance faiblement renforcée **FaR**, avec seulement 0,05% massique de Ti et 0,05% massique d'Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et une nuance fortement renforcée, **FoR**, avec 1% massique de renforts.

Afin d'évaluer l'impact de l'absence de précipitation sur la microstructure et les propriétés mécaniques, une première nuance Fe-14Cr-1W a été consolidé par CIC à partir de la poudre pré-alliée broyée (code matière CEA K06). Cependant, cette nuance dite non renforcée comporte une pollution d'oxydes nanométriques [37]. L'origine de ces nano-renforts non désirés proviendrait d'une contamination de l'attriteur durant le broyage précédent. Une nouvelle nuance non renforcée **NR**, a donc été élaborée par consolidation directe par CIC d'une poudre Fe-14Cr-1W atomisée, non broyée.

Enfin, l'influence du titane a également été étudiée grâce à une nuance totalement dépourvue de cet élément chimique. La composition nominale de la nuance sans titane **STi** est donc la suivante : Fe-14Cr-1W-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

### 2.2. Nuances obtenues par traitements thermiques et thermomécaniques post consolidation

#### 2.2.1. Nuance à gros précipités

Afin de comprendre l'influence de la taille de la nano-précipitation sur les propriétés mécaniques, une nuance à précipités plus gros, désignée **GP**, a été élaborée. En s'appuyant sur les travaux de Zhong [193], il s'avère nécessaire de monter à des températures extrêmement élevées ( $> 1300^\circ\text{C}$ ).

Dans le but de déterminer la condition de traitement thermique idéale pour l'élaboration d'une nuance à gros précipités, différents traitements thermiques (1300°C pendant 1h, 1400°C pendant 1h et 1400°C pendant 3h) ont été effectués sur la nuance Std. Dans le cadre de notre étude, la condition retenue pour la nuance GP correspond à un traitement thermique d'une heure à 1400°C. Lors du traitement thermique, la nuance GP a partiellement fondu suite à une diffusion du carbone, provenant de la sole en graphite, vers le lopin et ce malgré la présence de deux feuillards de tungstène. Néanmoins, le cœur de la partie non fondue reste exploitable.

### 2.2.2. Nuance recristallisée

Afin d'évaluer l'effet de la taille de grain sur les propriétés mécaniques, l'élaboration d'une nuance recristallisée a été décidée. En se basant sur les travaux de recristallisation d'Hélène Réglé [23], un traitement thermique à une température supérieure à 90% de la température de fusion ( $T_f \approx 1510^\circ\text{C}$ ) devrait permettre d'obtenir la recristallisation. Cependant, aucun signe de recristallisation n'a été observé malgré une croissance de la précipitation pour un recuit d'une heure à 1400°C sur la nuance Std consolidée par CIC ou sur la nuance filée Std-F de même composition Fe-14Cr-1W-0,3Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (code matière CEA J56)

Comme différents travaux [24, 199, 200, 201] ont illustré l'effet bénéfique des traitements thermomécaniques sur le phénomène de recristallisation des aciers ODS, et que des premiers essais de compression à froid suivi d'un traitement thermique sur la nuance filée Std-F ont donnée des résultats encourageants, ces mêmes essais ont été réalisés sur la nuance consolidée par CIC. Toutefois, il est apparu que la température de recristallisation était fortement dépendante de la méthode d'élaboration et qu'une nuance recristallisée ne pourrait être obtenue à partir de la nuance consolidée par CIC. Il a donc été décidé de recourir à la nuance de même composition mais filée et qui avait donné des résultats prometteurs. Deux conditions de traitement thermomécanique, permettant d'obtenir une recristallisation quasi-totale, ont été retenues :

- une déformation de 40% par compression à froid suivi d'un recuit à 1400°C pendant une heure (nuance **Rc**) afin de se rapprocher de la microstructure de précipitation de la nuance Std recuite aussi à 1400°C pendant une heure (nuance **GP**).
- une déformation de 70% par compression à froid suivi d'un recuit à 1150°C pendant 30 min. Pour ces conditions, la précipitation reste nanométrique. Cependant, cette nuance recristallisée n'a pas pu être totalement caractérisée par manque de temps et de matière.

Les travaux menés sur les traitements thermiques et thermomécaniques, qui ont donné lieu à publication, sont résumés en annexe 2, dans laquelle la publication a aussi été incluse.

## 3. Les microstructures obtenues

Cette partie décrit les résultats des caractérisations microstructurales de la microstructure des différentes nuances.

### 3.1. Composition chimique

La composition chimique des différentes nuances a été contrôlée à la microsonde de Castaing par D. Hamon (SRMA/LA2M). Elle est déterminée à partir de filiations quantitatives. Les éléments chimiques dosés correspondent aux éléments de base : le fer, le chrome, le tungstène, le titane, l'yttrium, l'oxygène. L'aluminium a également été dosé car des traces de cet élément avaient été identifiées

sur les nuances antérieures co-broyées au CEA. Le Tableau 6 récapitule les teneurs massiques moyennes des différentes nuances étudiées.

	Fe	Cr	W	Ti	Y	O	Al
<b>Std</b>							
<i>Ecart type</i>	Base %	14,78 0,25	0,99 0,05	0,27 0,07	0,20 0,04	0,13 0,03	0,03 0,03
<b>FaR</b>							
<i>Ecart type</i>	Base %	14,93 0,91	1,02 0,16	0,09 0,03	0,06 0,01	0,19 0,08	0,04 0,03
<b>FoR</b>							
<i>Ecart type</i>	Base %	14,35 0,21	0,95 0,04	0,97 0,64	0,67 0,17	0,40 0,11	0,03 0,02
<b>STi</b>							
<i>Ecart type</i>	Base %	14,69 0,79	1,03 0,16	0,01 0,01	0,20 0,04	0,17 0,04	0,03 0,02
<b>NR</b>							
<i>Ecart type</i>	Base %	14,45 0,58	0,97 0,15	0,00 0,00	0,00 0,00	0,08 0,08	0,01 0,01
<b>GP</b>							
<i>Ecart type</i>	Base %	14,37 0,25	0,99 0,05	0,31 0,17	0,21 0,06	0,20 0,09	0,05 0,05
<b>Rc</b>							
<i>Ecart type</i>	Base %	14,00 0,78	1,06 0,20	0,31 0,03	0,23 0,04	0,07 0,01	0,04 0,03

**Tableau 6 :** Teneurs massiques des différentes nuances modèles déterminées à la microsonde de Castaing.

Malgré la présence d'éléments de contamination, tel que l'aluminium, on peut noter que les compositions chimiques mesurées sont similaires aux compositions nominales souhaitées.

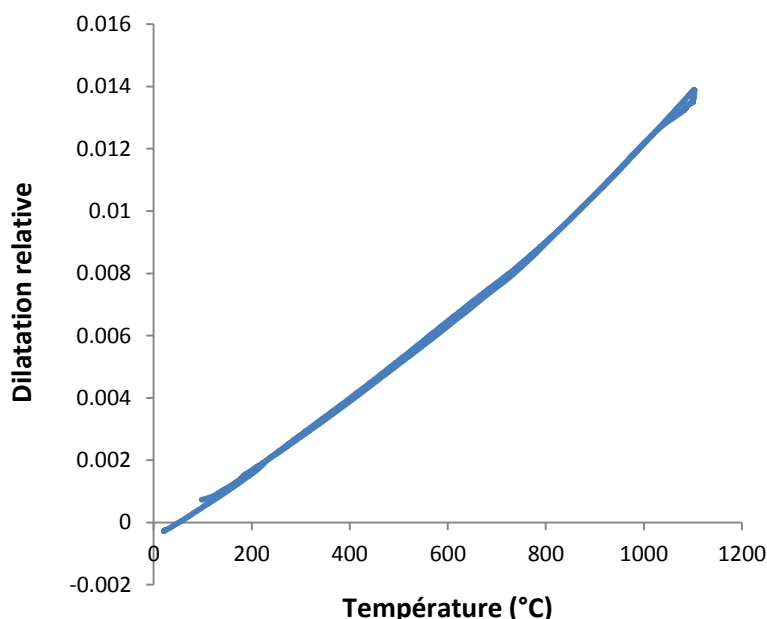
### 3.2. Diagrammes de phase

Afin de caractériser les éventuelles transformations de phases dans les différents matériaux d'étude, des mesures de dilatométrie et de calorimétrie ont été réalisées sur les nuances modèles NR, FaR et STi ainsi que sur la nuance ODS filée Std-F. Comme la poudre cobroyée et utilisée pour l'élaboration de la nuance Std-F est la même que pour la nuance Std, les résultats de dilatométrie et de calorimétrie obtenus sur l'acier ODS Std-F sont supposés transposables à la nuance modèle Std.

La courbe de l'essai de dilatométrie réalisé sur l'acier ODS ferritique Std-F (Figure 41) ne comporte aucune inflexion synonyme d'un changement de phase malgré une vitesse de trempe élevée. Un essai complémentaire de calorimétrie DSC a été réalisé sous gaz neutre (argon). Le cycle thermique est composé :

- d'une chauffe jusqu'à 1300°C avec une vitesse de montée en température de 10°C par minute
- d'une stabilisation en température pendant 2 minutes
- d'un refroidissement par four coupé ( $\approx 30^\circ\text{C}/\text{min}$ ).

Hormis un pic endothermique à 700°C correspondant au point de Curie, le thermogramme obtenu en calorimétrie confirme l'absence de transformation de phase (Figure 42). L'acier ODS Std-F, tout comme l'acier Std, est donc 100% ferritique.



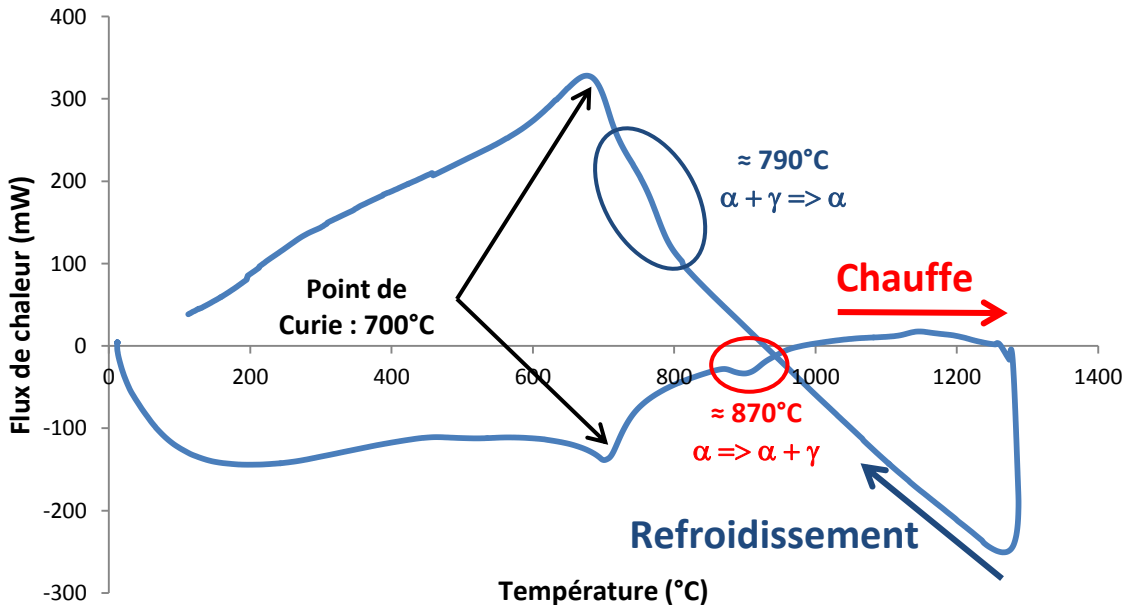
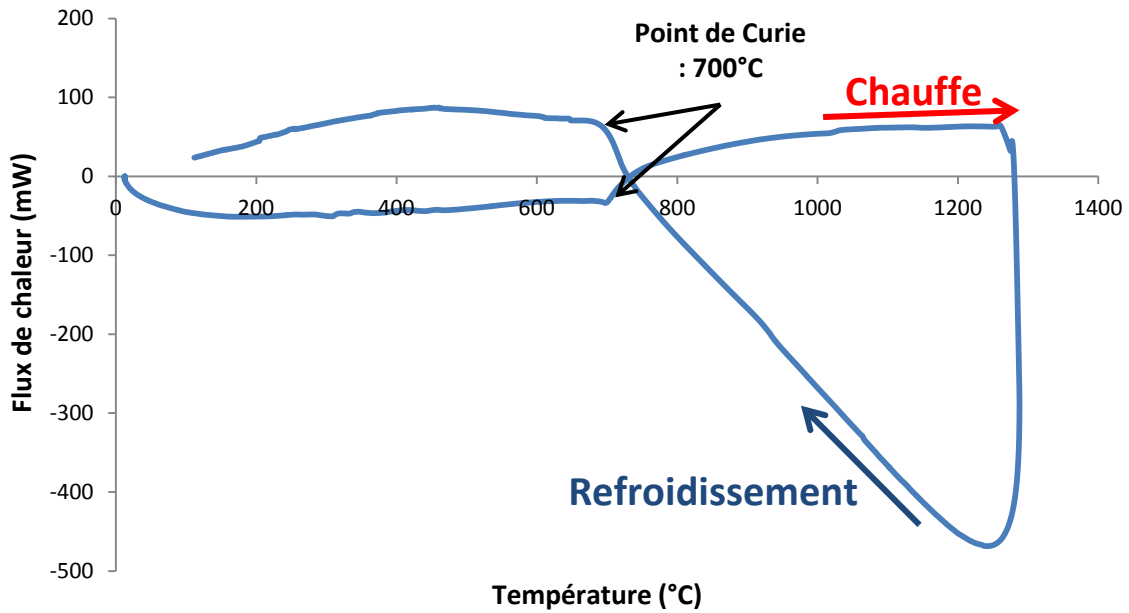
**Figure 41** : Courbe de dilatométrie obtenue entre 20°C et 1100°C sur l'acier ODS à 14% de Cr Std-F ( $V_c = 10^\circ\text{C/s}$  et  $V_r = 100^\circ\text{C/s}$ ).

A contrario, on peut remarquer à environ 870°C une inflexion endothermique de faible intensité sur le thermogramme obtenue en calorimétrie de l'acier STi (Figure 43). Ce pic endothermique est également observé vers 880°C sur l'acier FaR (Figure 44) et 840°C sur la courbe de calorimétrie de l'acier non renforcé (Figure 45). Ce pic endothermique correspond à une transformation de phase ferritique  $\alpha$  en phase austénitique  $\gamma$ . A partir de l'enthalpie de transformation de la ferrite en austénite mesurée sur la courbe de calorimétrie d'un acier ODS 9% de Cr, il est possible de déterminer le taux de ferrite transformée en austénite sur les aciers NR, STi et FaR. Le Tableau 7 donne les différentes valeurs d'enthalpie mesurées et les taux d'austénite formée durant la chauffe. Pour les différentes nuances, une part seulement est transformée en austénite indiquant un passage dans le domaine bi-phasé  $\alpha + \gamma$ .

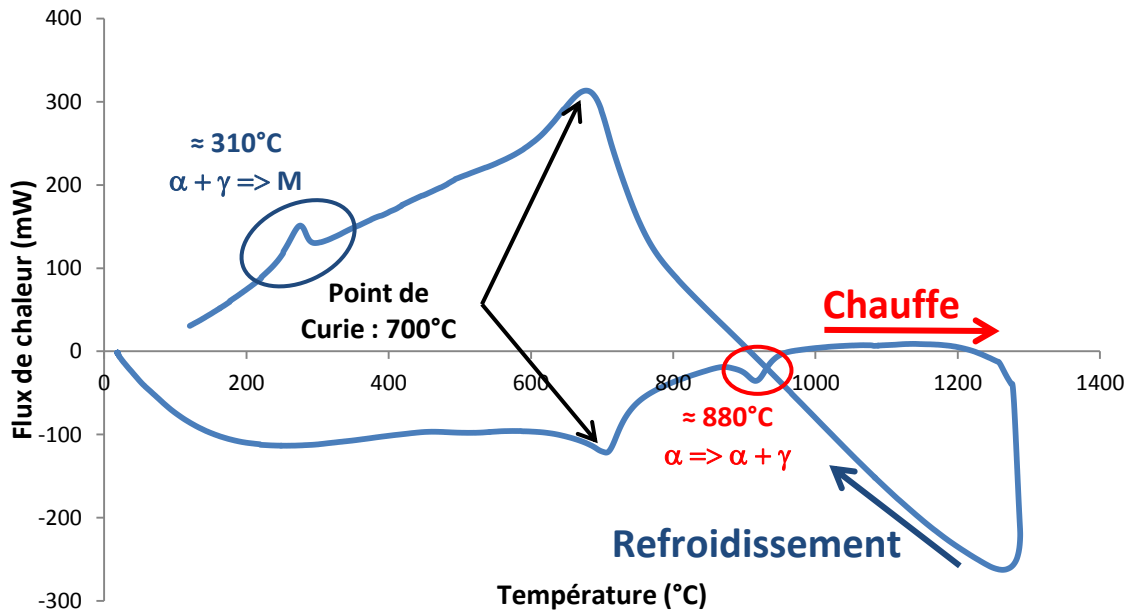
	ODS 9% de Cr	NR	FaR	STi
D'après calorimétrie Enthalpie ( $\Delta H$ )	$\Delta H \approx 10 \text{ J/g}$	$\Delta H \approx 1,5 \text{ J/g}$	$\Delta H \approx 3,9 \text{ J/g}$	$\Delta H \approx 2,8 \text{ J/g}$
Taux d'austénite déduit	100%	15%	39%	28%

**Tableau 7** : Enthalpie et taux d'austénite déterminés pour les nuances NR, FaR et STi à partir des courbes de calorimétrie.

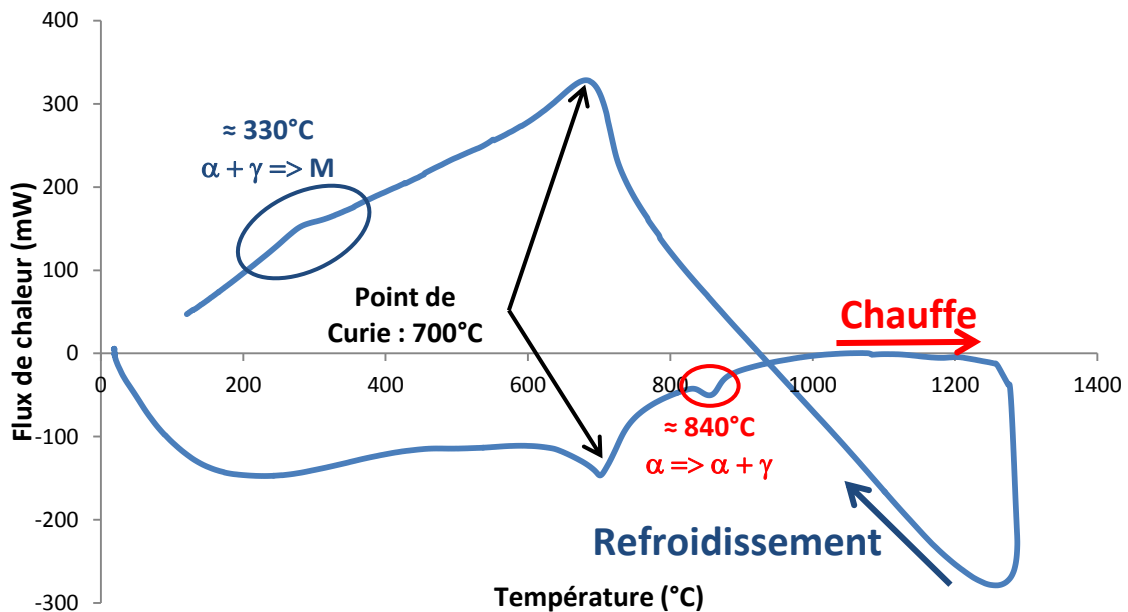
Lors du refroidissement, l'acier STi exhibe un léger pic exothermique en dessous de 800°C, illustrant la transformation du faible taux d'austénite en ferrite. Ne présentant aucun pic de transformation exothermique à basse température, toute l'austénite semble s'être transformée en ferrite lors du refroidissement. Au contraire, les nuances NR (Figure 45) et FaR (Figure 44) ne semble présenter aucune transformation de l'austénite en ferrite mais un pic exothermique situé entre 310°C et 330°C selon la nuance, et caractéristique de la formation de martensite. On peut également noter le pic inverse du point de Curie présent sur les trois aciers à 700°C lors du refroidissement.



En complément de la calorimétrie, différentes mesures de dilatométrie ont été effectuées sur l'acier STi afin de tracer le diagramme de Transformations en Refroidissement Continu (diagramme TRC). Les vitesses de refroidissement utilisées varient entre  $0,1^\circ\text{C}/\text{s}$  et  $100^\circ\text{C}/\text{s}$ . On peut noter sur le diagramme TRC obtenu (Figure 46) qu'une partie (voire la totalité) de l'austénite formée lors de la chauffe se transforme en martensite pour des vitesses de refroidissement supérieures à  $0,5^\circ\text{C}/\text{s}$  (pour rappel, lors de la CIC, la vitesse de refroidissement était de l'ordre de  $0,2^\circ\text{C}/\text{s}$ ). En outre, les températures  $Ac_1$  (température de début de transformation pendant le chauffage) et  $T_{fc}$  (température de fin de transformation pendant le chauffage) confirment la traversée du domaine biphasé durant la chauffe.



**Figure 44** : Thermogramme obtenu sur l'acier ODS 14% de Cr faiblement renforcée (FaR) entre 20°C et 1300°C ( $V_c = 10^\circ\text{C}/\text{min}$  et  $V_r = \text{four coupé} \sim 0,5^\circ\text{C}/\text{s}$ ).



**Figure 45** : Thermogramme obtenu sur l'acier 14% de Cr (NR) entre 20°C et 1300°C ( $V_c = 10^\circ\text{C}/\text{min}$  et  $V_r = \text{four coupé} \sim 0,5^\circ\text{C}/\text{s}$ ).

Comme l'illustrent les mesures de calorimétrie et de dilatométrie, les aciers contenant peu, voire pas de titane présentent une transformation  $\alpha$  en  $\alpha + \gamma$  lors de la chauffe. Du fait de cette traversée du domaine biphasé  $\alpha + \gamma$ , ces aciers contenant peu, voire pas de titane sont susceptibles de présenter des hétérogénéités chimiques. L'essai de dilatométrie réalisé dans les conditions d'élaboration (1100°C puis vitesse de refroidissement de  $0,2^\circ\text{C}/\text{s}$ ) sur la nuance NR montre qu'une faible fraction de zones martensitiques se forme lors du refroidissement (Figure 47 (a)). Au contraire, les mesures de dilatométrie, réalisées dans les conditions de la consolidation par CIC ( $V_{\text{ref}} = 0,2^\circ\text{C}/\text{s}$ ), montrent une transformation 100% ferritique de la nuance FaR (Figure 47 (b)). Les domaines de transformation ferritique et martensitique de la nuance FaR ne semblent donc se chevaucher que très peu puisque sur la courbe de calorimétrie pour une vitesse de refroidissement de  $\approx 0,5^\circ\text{C}/\text{s}$ , quasiment toute

l'austénite se transforme en martensite. Comparé à la nuance STi, le domaine de transformation ferritique est déplacé vers les faibles vitesses de refroidissement. Il est possible que cette différence soit principalement due à un effet taille de grain comme souligné par Brachet [202]. Il serait intéressant de tracer le diagramme TRC de cet acier ODS.

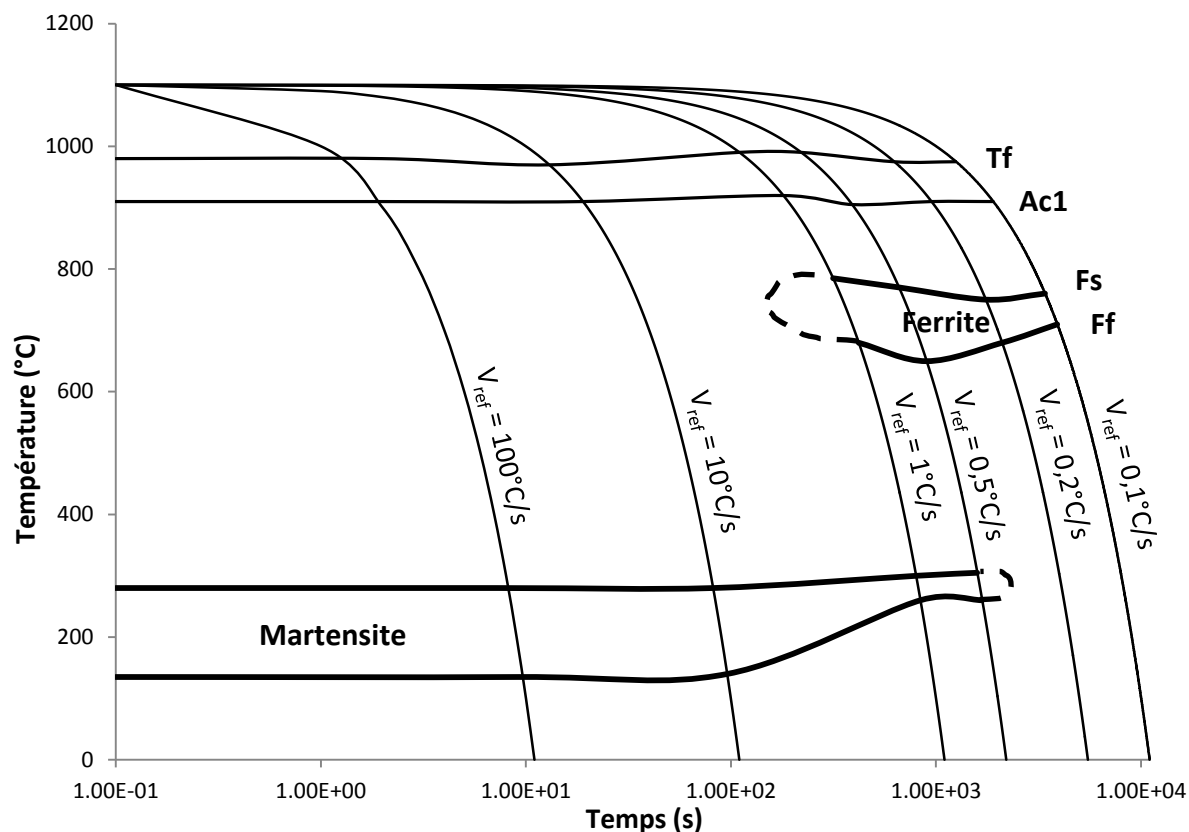


Figure 46 : Diagramme TRC de l'acier ODS à 14% de Cr STi.

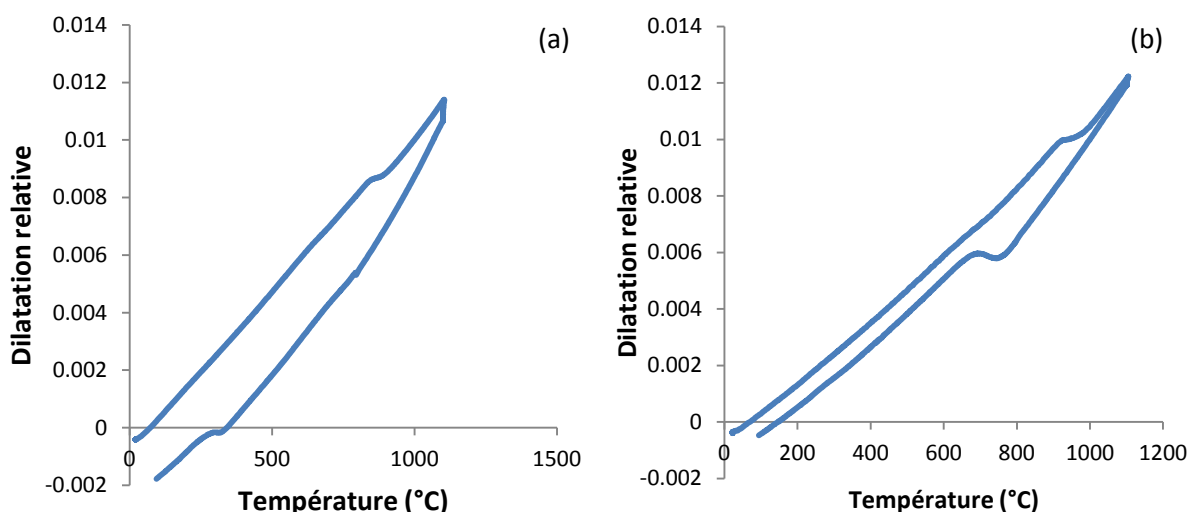
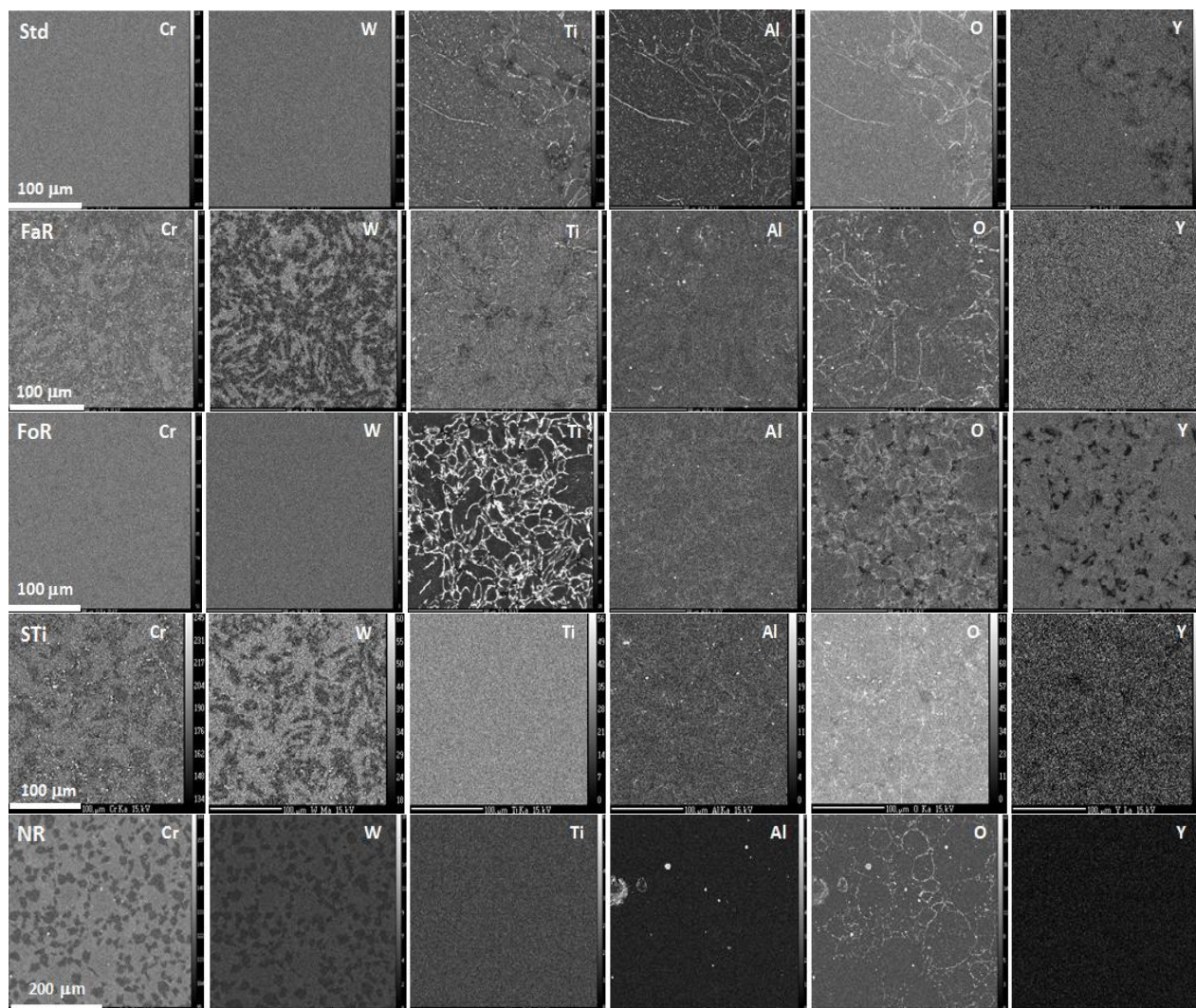


Figure 47 : Courbe de dilatométrie obtenue entre 20°C et 1100°C sur (a) l'acier à 14% de Cr NR ( $V_c = 10^\circ\text{C/s}$  et  $V_r = 0,2^\circ\text{C/s}$ ) et (b) l'acier FaR ( $V_c = 10^\circ\text{C/s}$  et  $V_r = 0,2^\circ\text{C/s}$ ).



### 3.3. Homogénéité chimique

Afin d'évaluer l'homogénéité chimique des matériaux d'étude, des cartographies X ont aussi été réalisées à la microsonde de Castaing. Les cartographies élémentaires sont présentées en Figure 48. Les zones les plus riches correspondent aux zones claires.



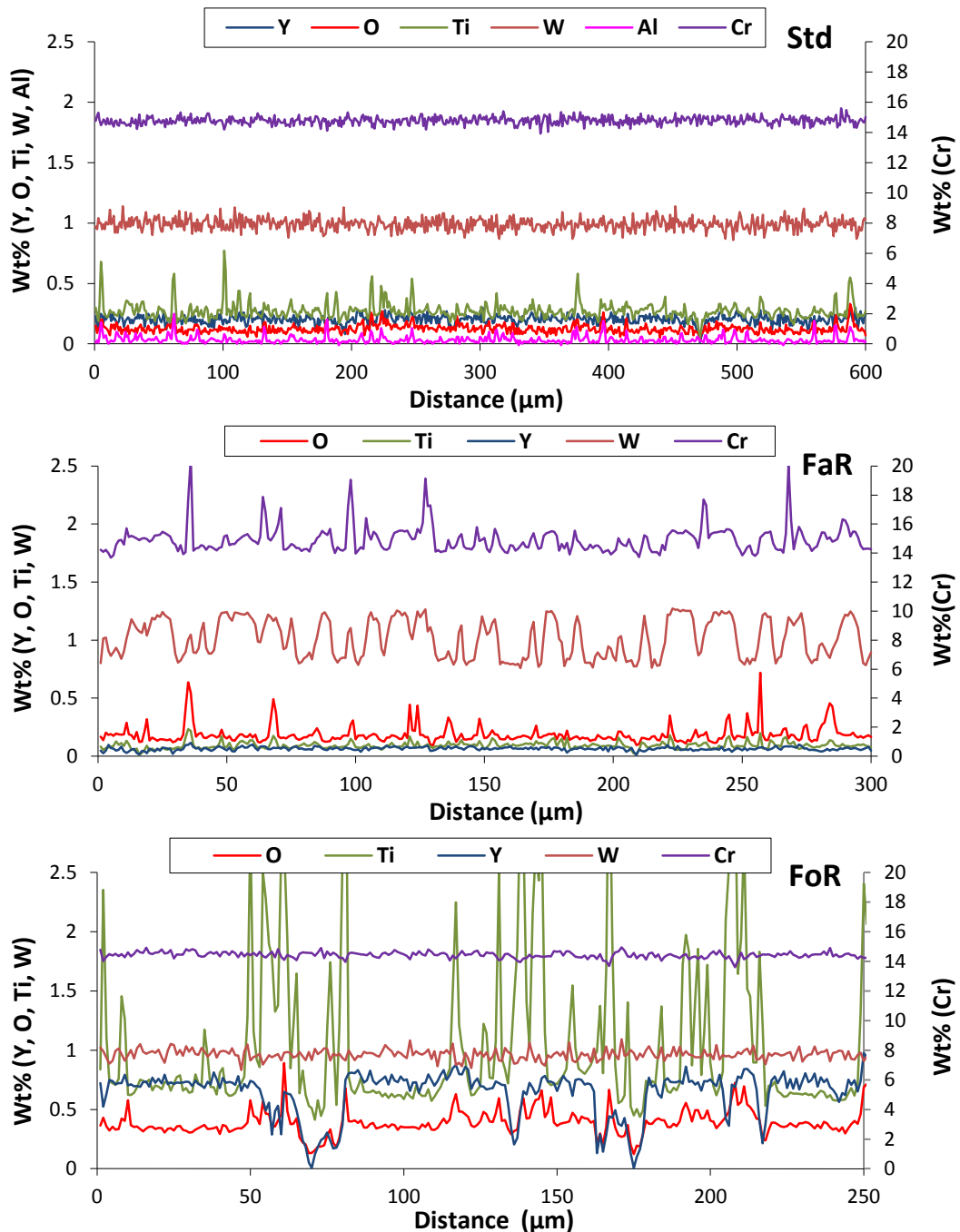
**Figure 48** : Cartographies X des éléments Cr, W, Ti, Al, O et Y des nuances ODS à 14% de Cr élaborées par CIC : Std, FaR, FoR, STi et NR.

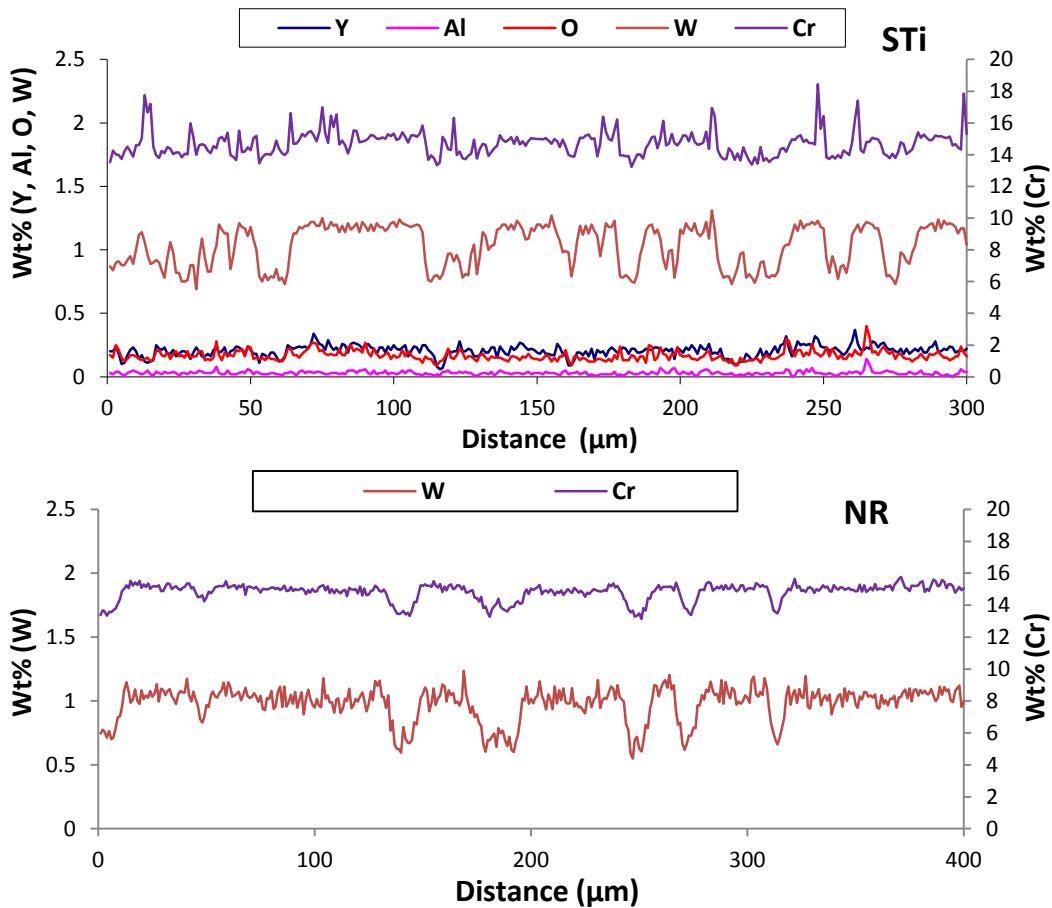
La Figure 48 met en évidence des ségrégations d'oxygène, principalement sous forme de liserés fins, sur les différentes nuances. Selon les nuances, les ségrégations d'oxygène sont associées avec les éléments chimiques Ti, Al ou encore Cr. On remarque également des points clairs pouvant correspondre à de la précipitation grossière. Sur les filiations quantitatives (Figure 49), ces hétérogénéités locales sont illustrées par des enrichissements locaux d'oxygène associés avec le titane, le chrome ou l'aluminium.

Une bonne homogénéité chimique des éléments Cr et W est observée dans les nuances Fe-14%Cr Std et FoR. Au contraire, les trois autres aciers ferritiques présentent des variations locales de composition. Des zones appauvries en chrome et en tungstène sont visibles sur les filiations quantitatives réalisées sur les aciers FaR, STi et NR (Figure 49). Cette différence d'homogénéité chimique en Cr et W sur les nuances FaR, STi et NR est en accord avec les observations effectuées en dilatométrie et en calorimétrie : la présence d'un domaine bi-phasé à haute température pour ces



nuances pourrait en effet conduire à la formation de deux phases, l'une enrichie en Cr et W et l'autre appauvrie en Cr et W. L'apparition de ce phénomène semble ainsi corrélée avec la teneur en titane. Enfin, le pourcentage de zones appauvries en chrome et en tungstène varie selon la nuance. Le taux de zones appauvries en chrome et en tungstène a été déterminé pour les trois nuances à l'aide d'un logiciel de traitement d'image. On remarque que la nuance NR présente seulement 14% de zones appauvries contre 43% pour l'acier FaR et 38% pour l'acier STi. Ces données sont en assez bon accord avec les taux d'austénite calculés à partir des essais de calorimétrie (Tableau 7).

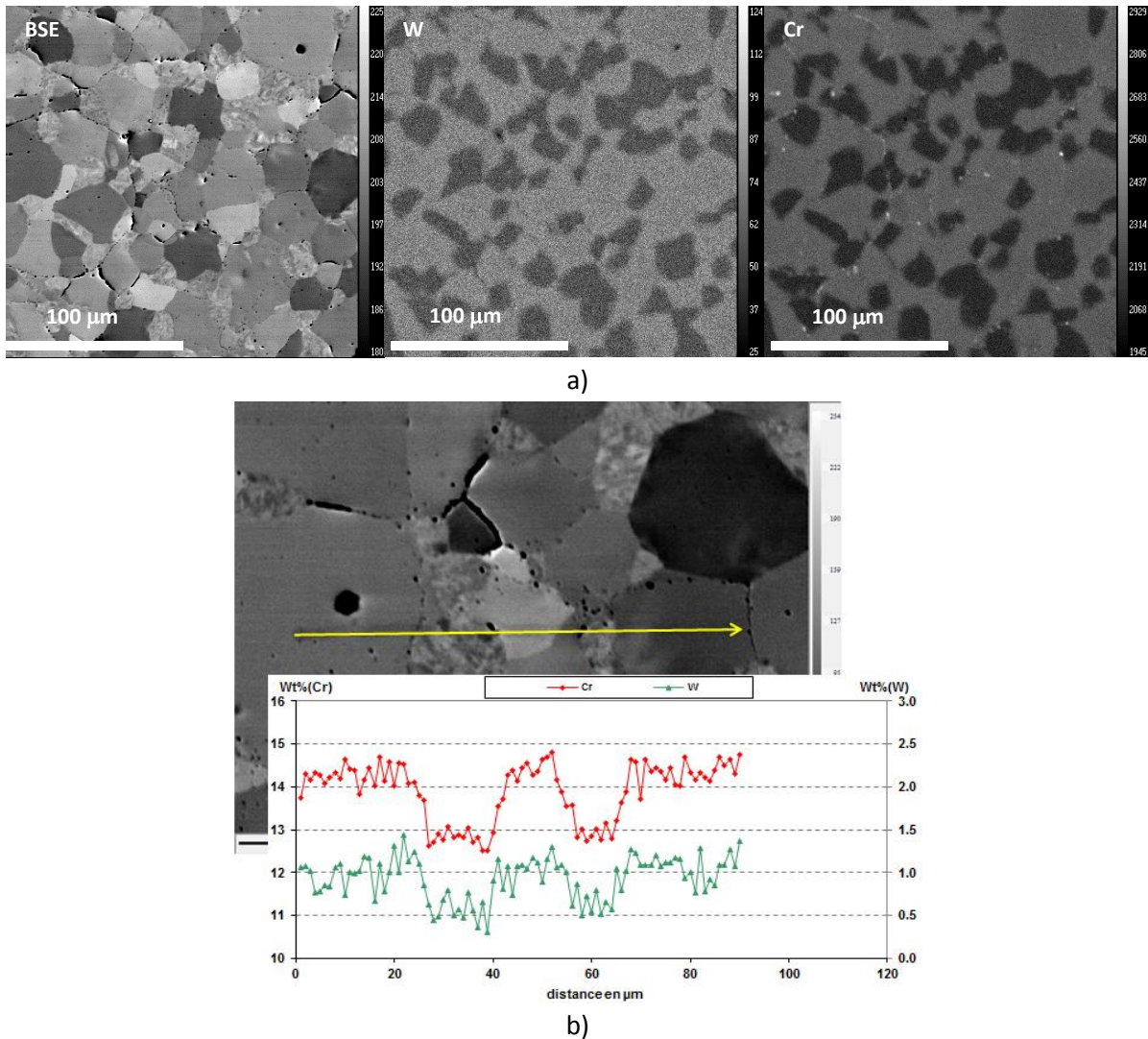




**Figure 49 :** Analyses quantitatives (en % massique) des principaux éléments chimiques. Filations avec un pas de 1 µm.

Une étude complémentaire des ségrégations chrome/tungstène a donc été réalisée à l'aide d'analyses supplémentaires à la microsonde de Castaing sur l'acier ferritique NR. Des analyses qualitatives semblent mettre en évidence une association entre les zones appauvries en chrome et en tungstène, constatées sur les cartographies X, et les zones martensitiques, observées sur la micrographie BSE (Figure 50). Une analyse quantitative a été effectuée à l'aide de filiation (pas de mesure tous les 1 µm) de manière à confirmer cette tendance. La position de la filiation est présentée en Figure 50.

La filiation traverse deux différents types de grains : gros grains ferritiques et lattes de martensite. Comme l'illustre la Figure 50, la filiation montre une association parfaite entre le Cr et le W confirmant les tendances observées sur les cartographies X. Les zones enrichies en Cr et en W correspondent aux grains ferritiques (début et fin de la filiation). Il est possible de quantifier la teneur moyenne des grains ferritiques. Elle est de 14,29% en Cr et 1,04% en W contre 12,93% en Cr et 0,66% en W dans les zones martensitiques.



**Figure 50 :** a) Cartographies X des éléments Cr et W et b) filiation quantitative (pas de l'analyse 1µm) effectuées sur l'acier NR.

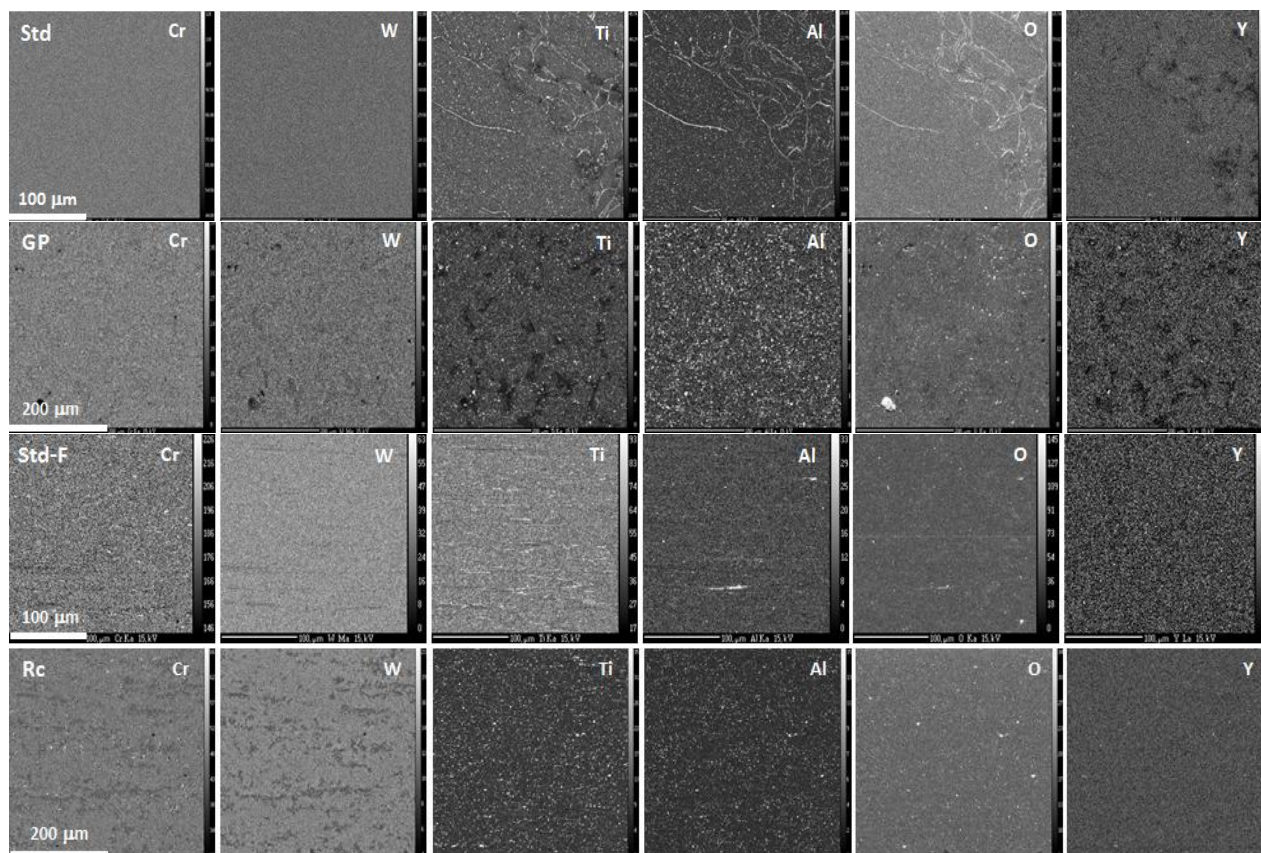
On retrouve la même tendance sur les nuances ODS présentant des zones de ségrégation de Cr et de W. Les zones enrichies en Cr et W sont associées aux gros grains. Cependant, les zones appauvries en Cr et W n'ont pas pu être identifiées convenablement.

**De manière générale, les ségrégations en Cr et en W, observées dans les nuances à faibles teneurs (voire même à teneur nulle) en Ti, sont liées à une transformation de phase de la phase  $\alpha$  en  $\alpha + \gamma$ .**

Des cartographies X ont également été réalisées sur les matériaux traités thermiquement et thermo-mécaniquement. Une comparaison entre les états initiaux et les états recuits est effectuée en Figure 51. On observe la disparition des liserés riches en oxygène, en aluminium ou en titane après traitement thermique. En contrepartie, on peut noter la présence d'enrichissements locaux d'Al et Ti correspondant à de la précipitation grossière. On peut penser que ces éléments chimiques ont été dissous lors du recuit avant de précipiter de nouveau.

Enfin, de petites zones appauvries en chrome et en tungstène sont également observées sur les deux états recuits. Tout comme pour les nuances NR, FaR et STi, ces zones appauvries en Cr et W pourraient correspondre à l'existence d'un domaine bi-phasé. Il est possible que l'apparition de ce

domaine bi-phasé après traitement thermique soit liée à une contamination d'éléments gammagènes tels que le carbone.



**Figure 51** : Cartographies X des éléments Cr, W, Ti, Al, O et Y des nuances ODS à 14% de Cr élaborées au CEA : Std, GP, Std-F et Rc.

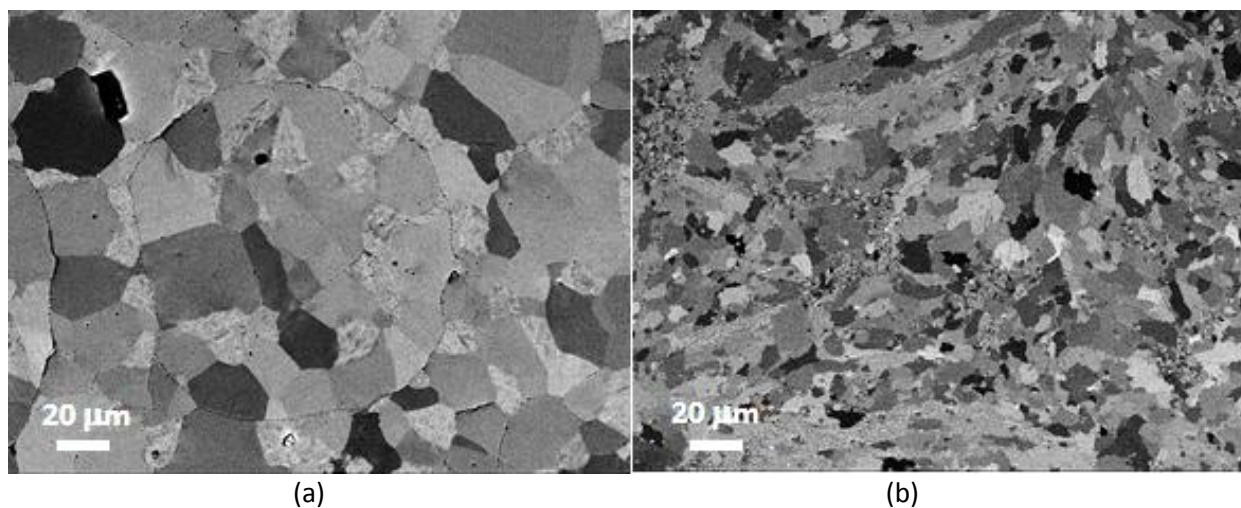
### 3.4. Microstructure et distribution de la taille de grain

#### 3.4.1. Microstructure d'aciers ODS à base Fe-14Cr élaborés par CIC

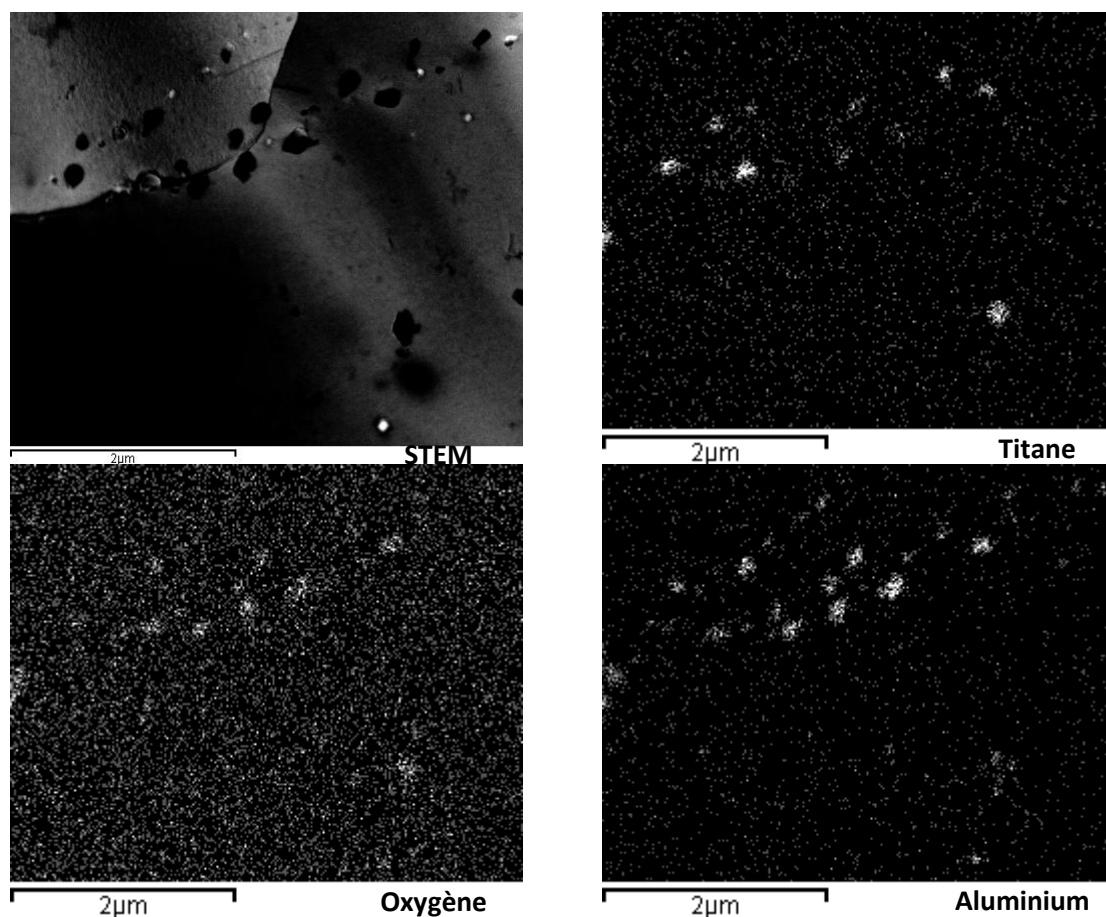
Contrairement à la microstructure d'un acier ferritique Fe-14Cr non renforcé composée de gros grains et de zones martensitiques (Figure 52 (a)), la microstructure des aciers ferritiques ODS est formée de grains équiaxes avec une distribution de taille bimodale (voire multimodale) (Figure 52 (b)).

Sur la microstructure de l'acier Fe-14Cr, la présence de chapelets de précipités intergranulaires correspondant aux anciens joints de grain de poudres peut être remarquée. Ces chapelets de précipités correspondent aux liserés riches en chrome et en oxygène observés précédemment sur les filiations réalisées par microsonde de Castaing (Figure 49).





**Figure 52 :** Micrographies MEB de l'acier NR (a) et de l'acier ODS Std (b).

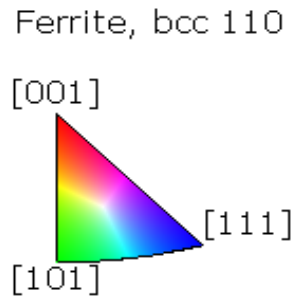


**Figure 53 :** Analyse chimique des précipités grossiers observés par MET sur la nuance ODS Std.

Des chapelets de précipités inter- et intragranulaires sont également observés sur l'acier ODS Fe-14Cr. Cependant, ces oxydes grossiers sont non plus riches en chrome, mais en titane et en aluminium (Figure 53). Ils correspondent donc aux fins liserés de titane et d'aluminium mis en évidence par microsonde de Castaing.

### 3.4.2. Orientations cristallographiques et distribution de la taille de grain

Dans cette partie, l'orientation cristallographique ainsi que la distribution de taille de grain des différentes nuances modèles ont été déterminées à partir de données EBSD. Les cartographies d'orientation cristallographiques, acquises par F. Barcelo (SRMA/LA2M), sont présentées en Figure 55. Le code couleur dépend de l'orientation des grains et est associé au triangle d'orientation Figure 54. Ces cartographies ont été réalisées avec un grandissement de 330 et un pas de mesure de 0,3  $\mu\text{m}$  sauf pour la nuance NR qui se compose d'une microstructure à très gros grains (grandissement de 200, pas de mesure 0,5  $\mu\text{m}$ ) et la nuance Std-F (grandissement de 3000, pas de mesure 0,03  $\mu\text{m}$ ) en raison d'une microstructure fine.



**Figure 54** : Code couleur utilisé pour les cartographies EBSD.

Elles mettent en évidence une évolution de la microstructure avec la composition chimique. En effet, la nuance dépourvue de renforts est principalement composée de gros grains équiaxes. Les zones non indexées, présentes sur la cartographie EBSD de l'acier NR, correspondent aux zones martensitiques formées durant le cycle de compaction isostatique à chaud (annexe 3). Le taux de martensite s'élève à 19%, ce qui est en accord avec les données de dilatométrie et de calorimétrie. Après ajout de renforts, la microstructure devient bimodale avec des grains microniques et des grains nanométriques (annexe 3). Ces derniers correspondent aux zones non indexées observées sur les cartographies EBSD des nuances ODS modèles. On peut noter une augmentation du pourcentage de ces zones non indexées lorsque le taux de renforts augmente.

Enfin, contrairement aux nuances modèles élaborées par CIC dont la structure est isotrope, la nuance Std-F exhibe une microstructure de grains allongés ayant une orientation cristallographique préférentielle de type  $\langle 110 \rangle$  dans la direction de filage. On observe également des grains microniques, voire submicroniques, présentant une faible texture.

Il convient également de souligner que la microstructure est très stable vis-à-vis des traitements thermiques puisque l'on retrouve une microstructure bimodale avec une taille de grain proche de la nuance Std après traitement thermique de 1400°C pendant une heure. Il est donc clair que les nanoprécipités réduisent la mobilité des joints de grain. Après traitement thermomécanique (déformation par compression à froid puis traitement thermique d'une heure à 1400°C), la nuance Std-F initialement filée présente une microstructure composée de gros grains équiaxes avec une faible texture cristallographique. Des zones non indexées, correspondant à plus fort grandissement à des grains non recristallisés orientés selon  $\langle 111 \rangle$  dans la direction de filage (Figure 56), restent également présentes.



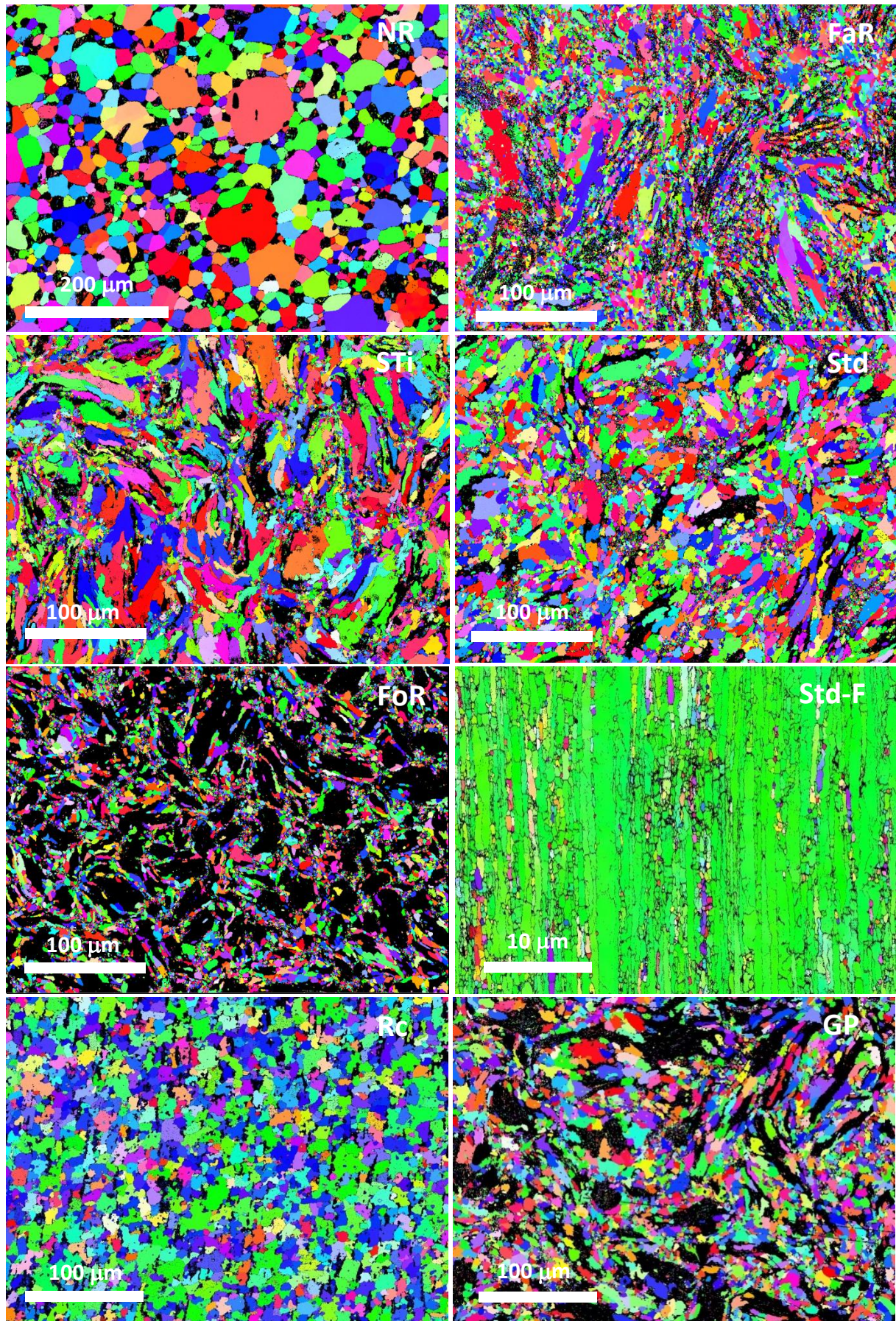
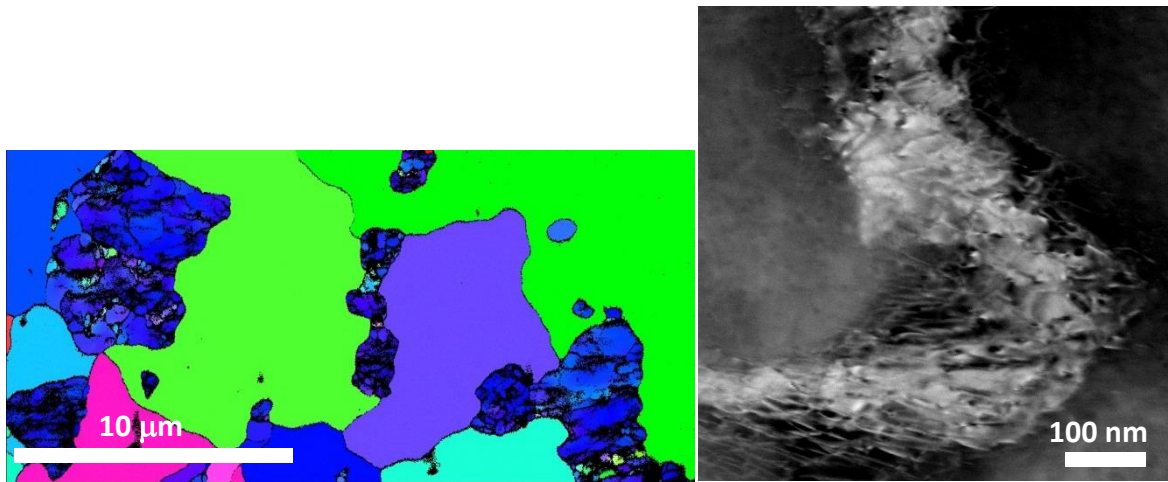
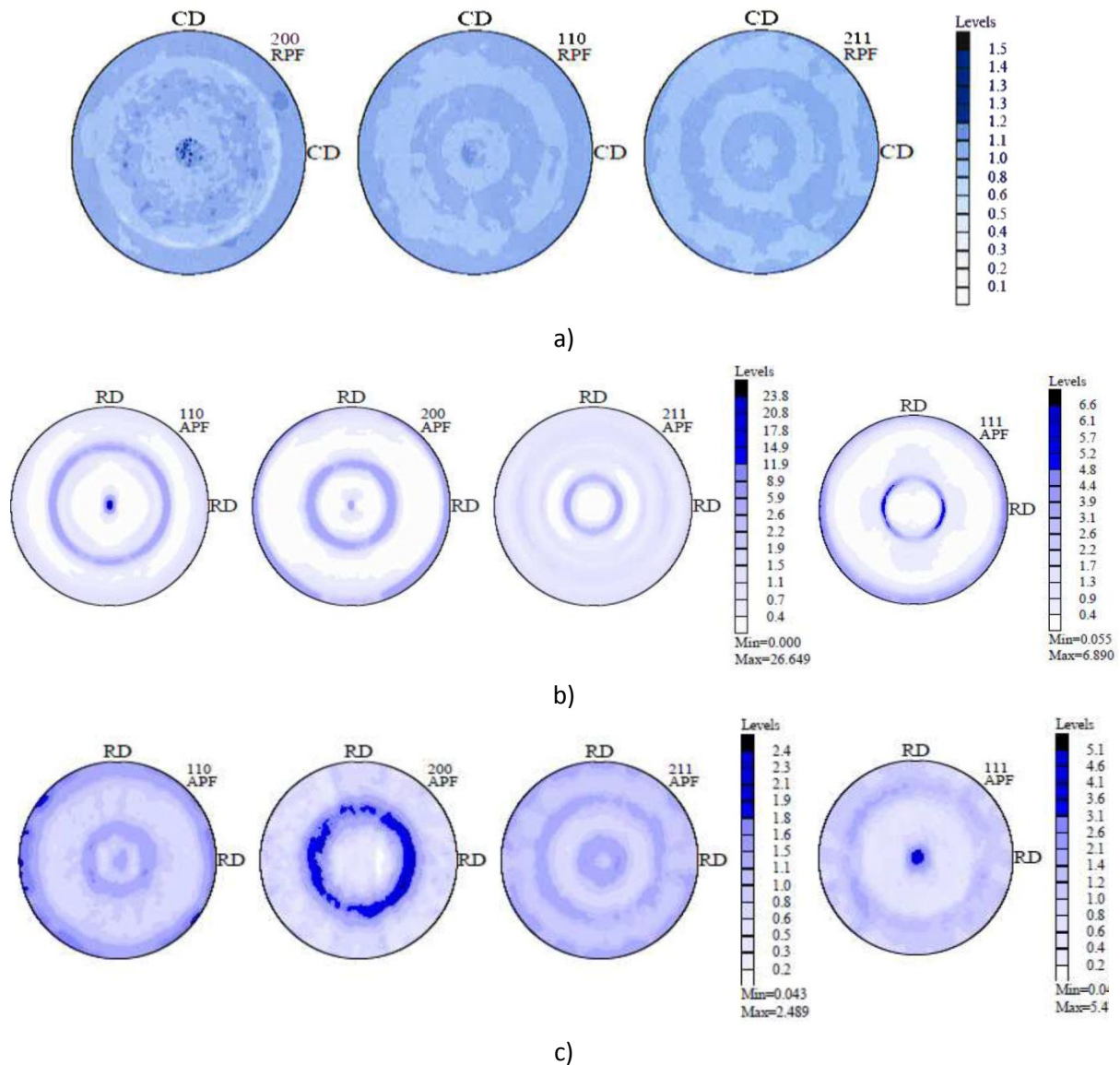


Figure 55 : Cartographies EBSD des nuances modèles NR, FaR, STi, Std, FoR, Std-F, Rc et GP.





**Figure 56** : Cartographie EBSD mettant en évidence la présence de grains nanométriques orientés selon  $\langle 111 \rangle$  et grain non-recristallisé, présentant de nombreuses dislocations, observé en mode STEM-HAADF.



**Figure 57** : Figures de pôles a) typique des nuances modèles, b) de la nuance Std-F et c) de la nuance recristallisée.



Des analyses de texture par diffraction des rayons X ont été réalisées en complément par J. Roubaud (SRMA/LA2M) et sont présentées en Figure 57. La texture des aciers ferritiques modèles, ODS ou non, présente un caractère isotrope avec un indice de texture de l'ordre de 1,1 (matériaux isotrope si indice de texture égal à 1). Au contraire la nuance Std-F consolidée par filage à chaud possède une texture cristallographique très prononcée dans la direction  $\langle 110 \rangle$  parallèle à la direction de filage. Enfin, ces analyses confirment la présence d'une texture  $\langle 111 \rangle$  sur l'acier ODS à base Fe-14Cr-1W déformé de 40% à froid puis recuit à 1400°C pendant une heure.

Pour déterminer la taille de grain, l'angle de désorientation minimale choisie pour délimiter un grain par rapport au grain voisin est de 5°. Les distributions de taille de grain en fraction surfacique sont présentées en annexe 4. De manière générale, la distribution de taille de grain est bimodale avec un taux de grains submicroniques compris entre 62 % pour la nuance FoR et 11 % pour la nuance Rc suivi d'une population de grains microniques plus ou moins étalée selon la nuance. A l'inverse la nuance FaR, présente une distribution plutôt monomodale avec un maximum centré sur les grains submicroniques et qui s'étale sur les gros grains. En outre, la fréquence de grains submicroniques de la nuance FaR est plus élevée que celle obtenue pour la nuance Std. Il est possible que cette différence soit due au passage de la nuance FaR dans le domaine biphasé, tel qu'observé précédemment, générant une fraction de petits grains beaucoup plus importante lors de la transformation d'austénite en ferrite.

Il existe différents moyens permettant d'estimer la taille de grain à partir des données EBSD. L'absence d'indexation des grains nanométriques sur les clichés, pris à faible grandissement pour cartographier des zones de taille satisfaisante, fait que les tailles moyennes déterminées en nombre et en surface sont surestimées. En outre, la microstructure des nuances modèles élaborées par CIC présente diverses tailles de grains. La formule représentant au mieux la microstructure correspond à une pondération surfacique :

$$D = \sum_i f_{S-i} \times d_{\text{eq.-}i} \quad \text{équation III.1}$$

Avec  $f_{S-i}$  et  $d_{\text{eq.-}i}$  respectivement la fraction surfacique et le diamètre moyen d'une classe de taille de grain d'indice  $i$ . La taille moyenne de grains des différentes nuances modèles est donnée en Tableau 8, des classes de taille de 1  $\mu\text{m}$  ont été prises. La taille moyenne des grains nanométriques est déterminée à partir de cartographies EBSD réalisées à plus fort grandissement. Selon M. Praud, les grains de la nuance Std-F, déterminés à partir de clichés MET, ont une longueur moyenne de 1,30  $\mu\text{m}$  et une largeur de 0,45  $\mu\text{m}$  (soit un facteur de forme de l'ordre de 2,8) [37]. En utilisant la méthode des intercepts, qui consiste à mesurer la distance des points d'intersection entre les joints de grain et une droite qui traverse le grain, la longueur moyenne est de 1,16  $\mu\text{m}$  et la largeur moyenne de 0,43  $\mu\text{m}$ . Les données MET et EBSD sont donc en bon accord. La taille de grain moyenne déterminée à partir de la distribution de la nuance Std-F est de 2,9  $\mu\text{m}$ .

Hormis pour la nuance FaR (qui présente justement une allure de distribution des tailles de grains différentes), une diminution de la taille de grain est observée lorsque le taux de renforts augmente. Cela est probablement dû au fait que les joints de grain sont de plus en plus épinglés lorsque la fraction volumique augmente empêchant ainsi leur migration.

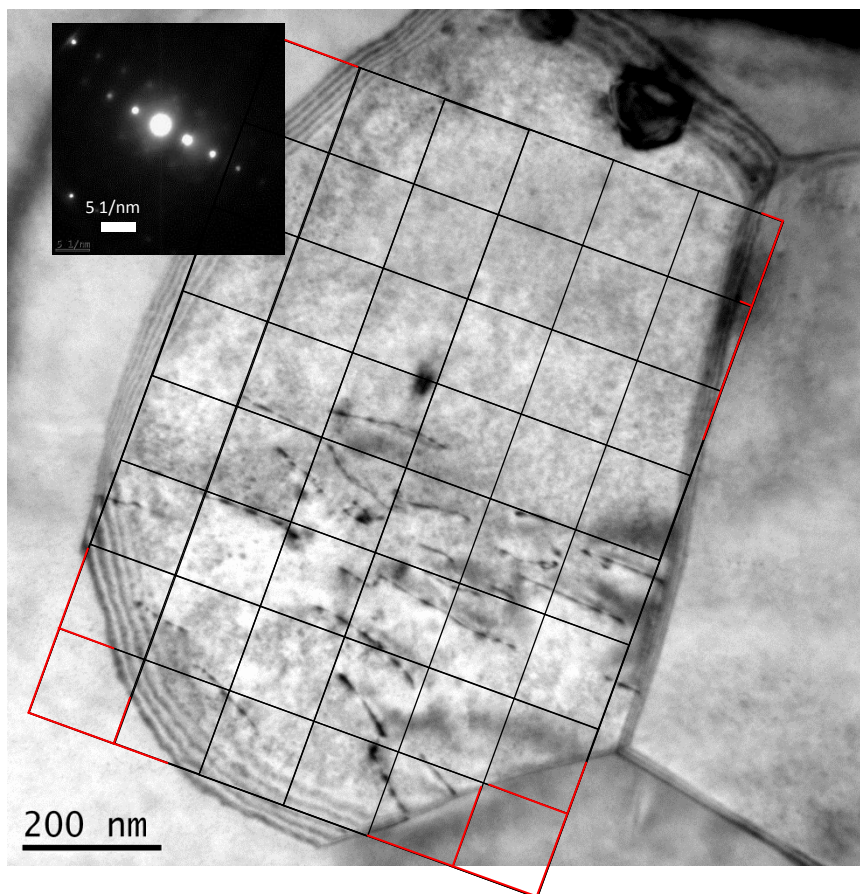
	NR	FaR	STi	Std	GP	Rc	FoR
<b>Taille moyenne (μm)</b>	27,6	4,3	9,0	6,5	6,7	9,5	1,8

**Tableau 8** : Taille de grain moyenne estimée à l'aide de l'équation III.1 pour chacune des nuances modèles élaborées par CIC.

En outre, la stabilité thermique des grains d'un acier ODS consolidé par CIC est confirmée de par la faible différence de taille entre la nuance Std et la nuance GP qui a été recuite une heure à 1400°C.

### 3.4.3. Détermination de la densité de dislocations par la méthode des intercepts

La caractérisation microstructurale passe également par une détermination de la densité de dislocations après élaboration. Les dislocations sont facilement repérées sur les clichés de MET de par leur fort contraste.



**Figure 58** : Illustration de la méthode des intercepts permettant de déterminer la densité de dislocations. En encart le cliché de diffraction correspondant. Les traits rouges correspondent aux traits hors grains.

La densité de dislocations  $\rho_{Dislocs}$  est déterminée à l'aide de la méthode des intercepts. Comme illustré en Figure 58, cette méthode consiste à tracer un quadrillage sur le cliché MET avant de déterminer le nombre d'intersections entre les lignes du quadrillage et les dislocations. La formule de calcul est la suivante :

$$\rho_{Dislocs} = \frac{2 \times N \times G}{L \times e} \quad \text{équation III.2 [203]}$$

Avec  $N$  le nombre d'intersections,  $L$  la somme de la longueur des droites constituant le quadrillage,  $G$  le grossissement de la micrographie et  $e$  l'épaisseur locale de la lame.

Un facteur correctif  $f$ , permettant de pondérer le résultat selon les conditions d'extinctions de dislocations ( $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ ), est introduit dans l'équation III.2. Le vecteur de Burgers des dislocations  $\vec{b}$ , généralement identifié pour un acier de structure cubique centrée, est de type  $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ . Quant au vecteur de diffraction  $\vec{g}$ , il est déterminé à l'aide du cliché de diffraction.

En reprenant l'exemple du cliché MET de la nuance Std (Figure 58),  $N$  est égal à 24, avec un grossissement de 91 500, une longueur totale de  $(4,7 + 8,4 + 3 \times 9,5 + 8,7 + 4,7) + (5,7 + 6,4 + 5 \times 5,18 + 5,6 + 3)$  cm et une épaisseur estimée de 70 nm. Concernant le facteur correctif, le vecteur de diffraction est de type  $\langle 110 \rangle$  (souvent constaté pour les aciers ODS ferritiques/martensitiques). On a donc :

$$\begin{aligned} [110] \cdot [111] &= 2 \\ [110] \cdot [\bar{1}11] &= 2 \\ [110] \cdot [1\bar{1}1] &= 0 \\ [110] \cdot [11\bar{1}] &= 0 \end{aligned}$$

Pour cet exemple, selon les conditions d'extinction que l'on obtient ( $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ ), la moitié des dislocations serait visible : le facteur correctif est donc égal à 2.

La densité de dislocations moyenne de la nuance standard (Std) est de  $9,7 \pm 0,6 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ . L'ordre de grandeur semble être cohérent du fait que, pour une nuance filée contenant a priori plus de dislocations, la densité de dislocations est comprise entre  $3 \times 10^{14}$  et  $3 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$  [37].

La densité de dislocations des nuances NR, FaR, STi et FoR est comprise entre  $5 \times 10^{13}$  et  $3 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ . Enfin, la densité de dislocations a été analysée après traitement thermique et thermomécanique. Les gros grains de la nuance Rc sont recristallisés (absence de dislocation) alors que les grains non recristallisés, représentant seulement 10% de la microstructure, possèdent une densité de dislocations de  $5,5 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ . La densité de dislocations de la nuance Rc est ainsi supposée égale à  $5 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$ , soit 10% de  $5,5 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ . En ce qui concerne la nuance GP, la restauration n'est pas totale. On trouve une densité de dislocations égale à  $1 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ .

#### 3.4.4. Caractérisation de la précipitation

La précipitation représente le paramètre microstructural majeur des aciers ODS. Ainsi, il est primordial de caractériser finement la distribution de taille, la densité volumique ainsi que la chimie des nanoparticules. Pour cela, des analyses de DXPA et des observations MET ont été réalisées.

Les campagnes de mesures de DXPA ont été effectuées au laboratoire SIMAP et à l'ESRF, tous deux situés à Grenoble. Les données brutes des mesures de DXPA réalisées en laboratoire sont données en Figure 59. Dans un premier temps, on observe l'absence de signal caractéristique de la présence d'une population de nano-précipités pour l'échantillon NR. Cela signifie que, comme son nom l'indique, la nuance modèle NR est totalement dépourvue de renfort. Ensuite, lorsque l'on suit l'évolution des données brutes de chacune des nuances, on s'aperçoit que certains matériaux modèles (GP, Std, Std-F, Rc et FoR) présentent une « bosse » plus ou moins intense. Cette « bosse » est représentative d'une distribution resserrée sur une taille de précipités. Au contraire les nuances

STi et FaR présentent une allure de courbes suggérant la présence d'une distribution plutôt étalée. Les données obtenues à l'ESRF confirment ces résultats. On peut en outre remarquer une similitude entre la distribution des nuances Std-F et Std. Comme l'illustre la Figure 60, le signal de DXPA évolue entre les nuances Std et GP d'une part et Std-F et Rc d'autre part. En effet, la « bosse » se décale vers les petits  $q$  – soit un rayon plus important après recuit. Il semble aussi exister une légère différence de taille moyenne entre la nuance Rc et la nuance GP, normalement recuites à la même température. Il est possible que cette différence soit liée à une température légèrement plus élevée suite à l'incident technique ayant engendré la fusion du lopin GP.

Afin d'avoir une mesure complémentaire de la distribution de la taille des nanoparticules, plusieurs images, acquises en microscopie électronique en transmission sur chacune des nuances étudiées, ont été traitées avec le logiciel VISILOG. La Figure 61 présente la distribution de taille de particules des différentes nuances modèles déterminée à partir des clichés MET. Les histogrammes confirment la distribution resserrée sur les petites tailles pour les matériaux Std, Std-F et FoR. Au contraire, les nuances comprenant un faible pourcentage de titane voient leur distribution de la taille des nanoparticules s'étaler sur une plus large gamme. L'évolution de la précipitation après traitements thermiques est également confirmée. Une légère différence de la distribution de la taille des précipités entre les nuances GP et Rc est aussi retrouvée. Enfin, l'absence de nanoparticule au sein de la matrice de l'acier NR a été vérifiée par MET.

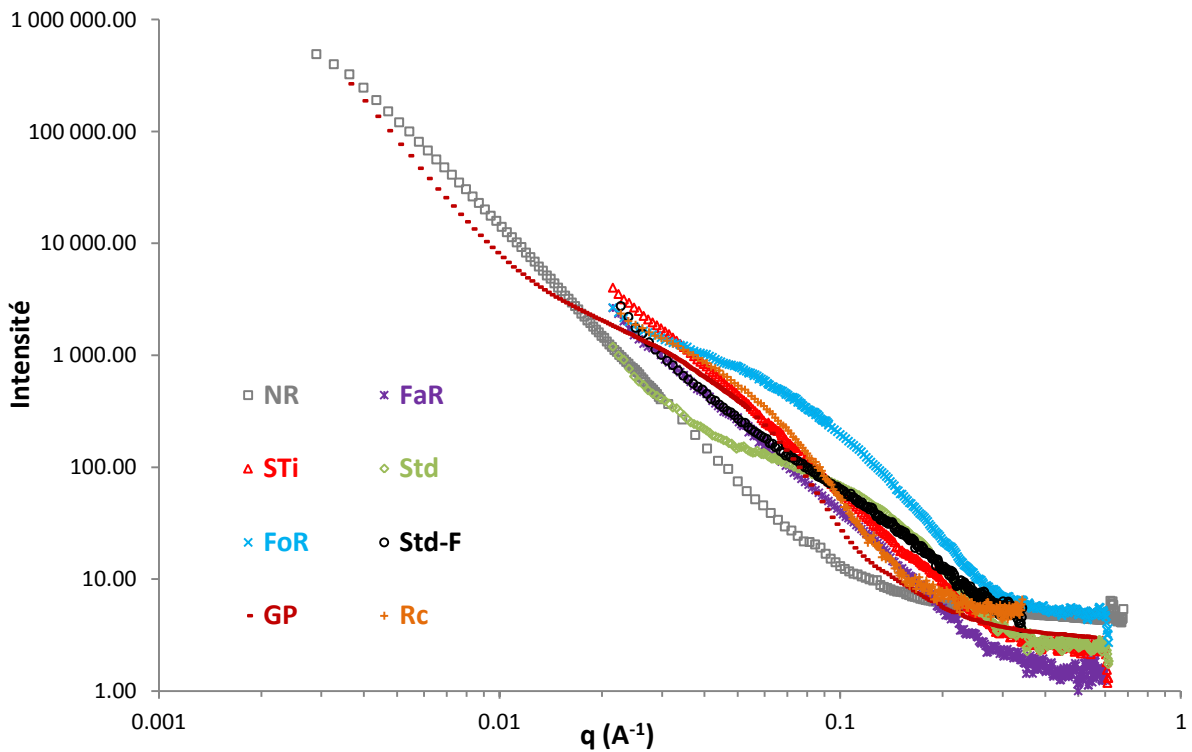


Figure 59 : Données brutes de DXPA, obtenues au laboratoire SIMaP, pour chacune des nuances.

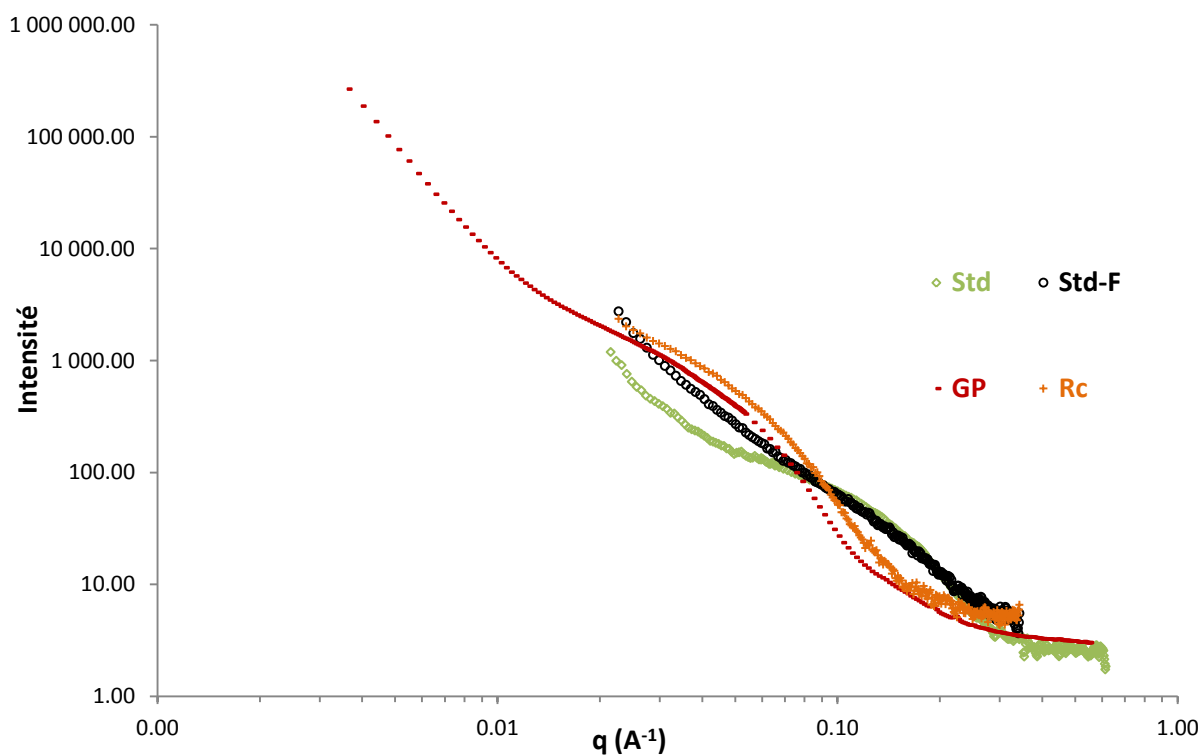
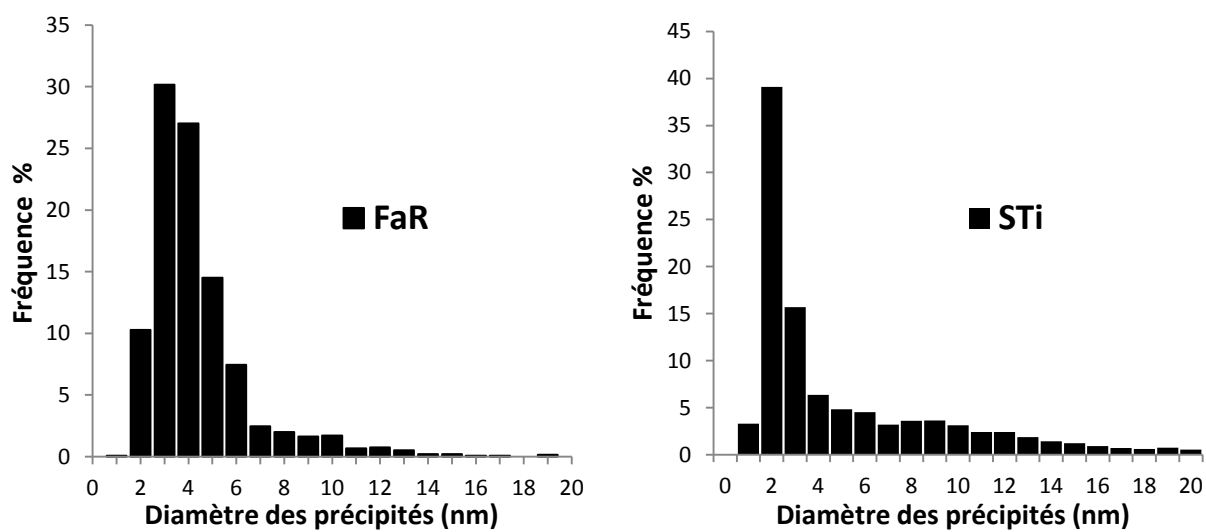
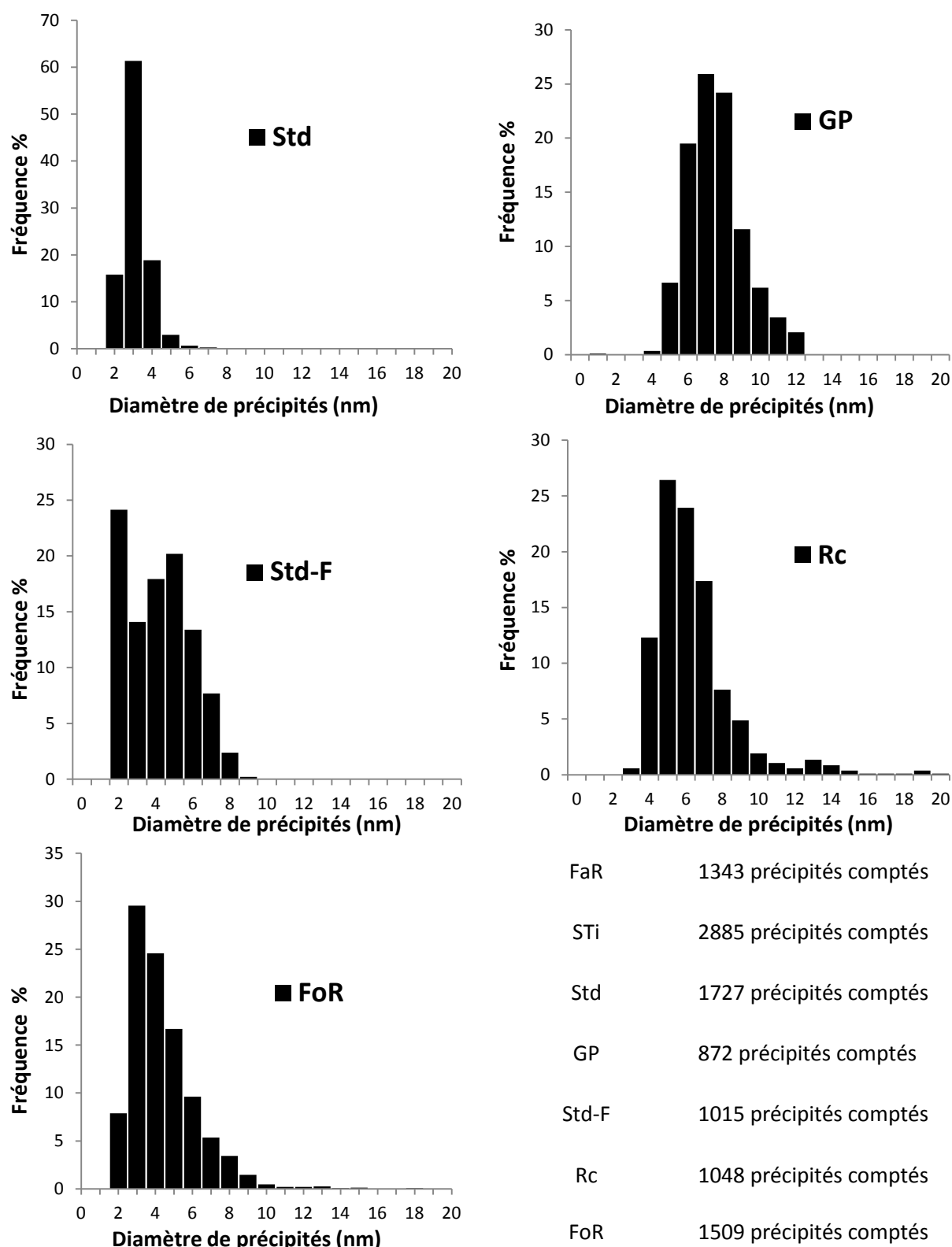


Figure 60 : Comparaison des signaux de DXPA des nuances Std, Std-F, GP et Rc.





**Figure 61** : Distribution de la taille des nanoparticules mesurées en MET pour chaque matériau modèle.

Les données SAXS ont été analysées quantitativement à l'aide des représentations de Kratky. Ces représentations permettent d'avoir un ordre d'idée de la valeur du rayon de Guinier  $R_g$ , du rayon maximal  $R_{max}$ , du rayon moyen  $R_m$  (Tableau 9) et de la fraction volumique de précipités [94]. Les courbes ont été ajustées en utilisant une distribution en log normale de sphères. On peut noter que les nuances se répartissent en deux groupes, un premier pour lequel les trois mesures donnent des

résultats très proches, ce qui est représentatif d'une distribution resserrée bien décrite par une loi log-normale d'écart-type 20 à 30%, et un deuxième groupe avec des écarts plus importants entre les mesures  $R_{max}$  (ou encore  $R_g$ ) et  $R_m$ , signe d'une distribution de tailles large, dont le rayon est sans doute mieux représenté par les valeurs de  $R_{max}$  et  $R_g$  (plus proches des valeurs MET). Dans l'ensemble, les données obtenues par DXPA et MET sont en bon accord, malgré certaines divergences qui sont essentiellement liées aux limites respectives des techniques utilisées. Les analyses complémentaires par DNPA (Diffusion des Neutrons aux Petits Angles), qui n'ont pas été présentées ici, confirment les résultats.

	NR	FaR	STi	Std	GP	Std-F	Rc	FoR
Rg (nm)	0	3,9	4,9	1,5	5,0	1,4	3,7	2,9
Rmax (nm)	0	3,2	5,0	1,5	4,5	1,5	3,8	2,4
Rm (nm)	0	1,6	1,6	1,3	3,0	1,3	2,6	0,9
Rmoyen MET (nm)	0	1,9	2,6	1,3	3,6	1,8	3,0	2,0

**Tableau 9** : Valeurs du rayon de Guinier, du rayon maximal et du rayon moyen des différentes nuances déterminées par DXPA. Comparaison avec les rayons moyens mesurés par MET.

La fraction volumique de précipités a été calculée à partir de l'équation  $Q_0 = 2\pi^2(\rho_p - \rho_m)^2 f_V(1 - f_V)$ . Or, la fraction volumique étant faible, l'équation se simplifie sous la forme  $Q_0 = 2\pi^2(\rho_p - \rho_m)^2 f_V$ .  $Q_0$  représente l'intensité intégrée (cf. chapitre II) et  $f_V$  la fraction volumique.  $\rho_p$  et  $\rho_m$  sont respectivement les densités électroniques des précipités et de la matrice [93]. Le calcul de la fraction volumique dépend donc de la composition chimique des précipités. La chimie des particules a été analysée à partir de données d'analyses par DNPA effectuées au laboratoire Léon Brillouin du CEA. Le rapport des intensités diffusées dans les directions parallèle et perpendiculaire au champ magnétique, noté A, donne une indication sur la composition chimique des espèces diffusantes [204]. Le Tableau 10 regroupe la valeur théorique des rapports A pour différentes natures de précipités généralement rencontrées au sein d'une nuance ODS à base Fe-14Cr.

	Y <sub>2</sub> Ti <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	Y <sub>2</sub> TiO <sub>5</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	YCrO <sub>3</sub>
A théorique	2,5	2,3	3,2	2,3

**Tableau 10** : Valeurs théoriques des rapports A pour différentes natures de précipités.

Dans le Tableau 11, on remarque que le ratio moyen A est le même entre la nuance Std et FoR. La chimie des précipités semblerait être Y<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub>. Les nuances FaR et STi présentent un ratio moyen similaire au ratio théorique Y<sub>2</sub>Ti<sub>2</sub>O<sub>7</sub>. Cependant, la nuance STi étant dépourvue de titane, les précipités ne peuvent être de type Y<sub>2</sub>Ti<sub>2</sub>O<sub>7</sub>. Il est plus probable que les précipités détectés pour cette nuance soient de type Y-Cr-O. Comparé à la nuance Std, la nuance GP présente un ratio moyen différent suggérant un effet du traitement thermique sur la chimie des particules.

Quelques analyses EDX en mode STEM (Scanning Transmission Electron microscopy) ont également été réalisées. Elles confirment la présence d'oxydes complexes de type Y-Ti-O dans les nuances FaR (Figure 62 (a)) et FoR (Figure 62 (c)). En ce qui concerne la nuance STi, les analyses ne

permettent pas de déterminer la chimie des particules (Figure 62 (b)), mais on observe bien de l'yttrium et l'absence de titane des particules. Les analyses EDX de la nuance Std sont présentées dans la thèse de Praud [37].

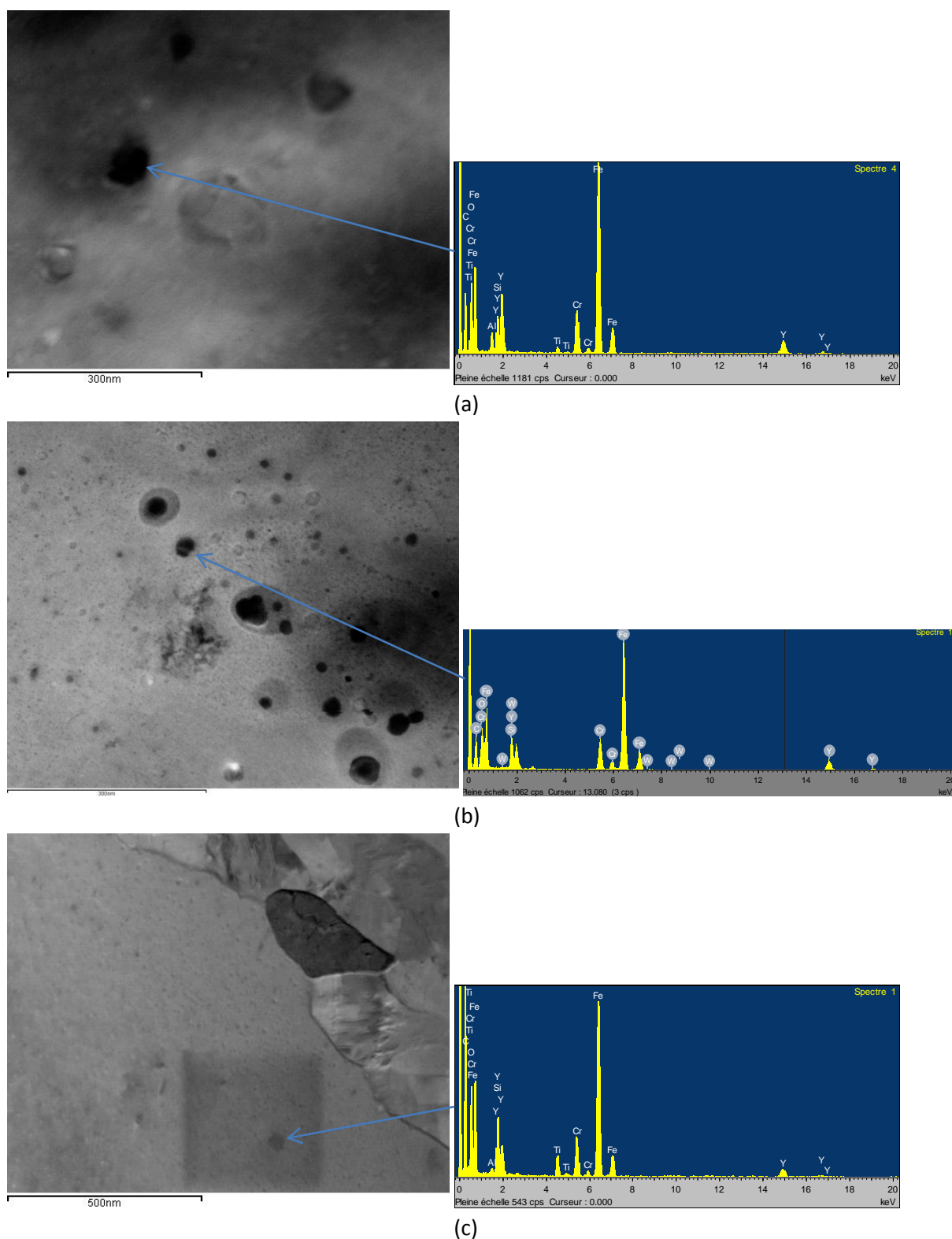
	NR	FaR	STi	Std	GP	Std-F	Rc	FoR
Rapport A	-	2,6	2,6	2,3	2,8	2,8	2,8	2,2
Nature des particules	-	$Y_2Ti_2O_7$	$YCrO_3$	$Y_2TiO_5$	$Y_2Ti_2O_7$	$Y_2Ti_2O_7$	$Y_2Ti_2O_7$	$Y_2TiO_5$
fv DXPA	0%	0,39%	0,46%	0,55%	0,79%	0,99%	0,82%	1,01%
fv théorique	0%	0,20%	0,28%	0,43%	0,68%	0,68%	0,78%	1,76%

**Tableau 11** : Rapport A des différentes nuances modèles et chimie des nanoparticules associées. Calcul des fv à partir des données DXPA et comparaison avec les fv théoriques.

On remarque que la fraction volumique obtenue en DXPA est en grande partie supérieure à la fraction théorique calculée par bilan matière. Il est possible que les nanoparticules ne se limitent pas qu'à un type de nature chimique. Des expériences de DRX ont été réalisées au Synchrotron Soleil sur la ligne MARS sur ces mêmes nuances afin de connaître la structure cristalline des phases composant la microstructure; le but étant d'y associer une chimie à partir des bases de données. Cependant, les données n'ont pas encore été entièrement dépouillées. Toutefois les premières observations des différents diffractogrammes soulignent quelques points. Les nuances Std et Std-F présentent les mêmes pics intenses d'où une certaine similitude de précipitation. Après traitements thermiques, quelques différences apparaissent indiquant une évolution d'une partie au moins de la précipitation. Certains pics visibles sur les nuances Std et Std-F se retrouvent dans la nuance FoR, par contre la nuance FaR présente quelques différences plus marquées. Sur la nuance STi les pics les plus intenses suggèrent clairement une différence de précipitation, cohérente avec l'absence de Ti dans cette nuance.

A partir de ces observations par MET, DXPA et DRX et en supposant l'existence d'une double population de chimie de particules, des incertitudes ont été calculées sur la fraction volumique. La fraction volumique retenue correspond à un mélange 50/50 entre les chimies de particules  $Y_2Ti_2O_7$  et  $Y_2TiO_5$  et ayant pour bornes d'incertitudes les deux conditions suivantes : 70%  $Y_2Ti_2O_7$  + 30%  $Y_2TiO_5$  et 30%  $Y_2Ti_2O_7$  + 70%  $Y_2TiO_5$ . Le Tableau 12 dresse le bilan de la fraction volumique des différentes nuances comportant du titane ainsi que les incertitudes associées. On retrouve une fraction volumique proche pour les nuances Std, Std-F, GP et Rc.





**Figure 62** : Analyses EDX en mode STEM des nuances FaR (a), STi (b) et FoR (c).

	FaR	Std	GP	Std-F	Rc	FoR
50% $Y_2Ti_2O_7$ + 50% $Y_2TiO_5$	0,32%	0,72%	0,64%	0,75%	0,67%	1,32%
<i>Incertitudes</i>	$\pm 0,03\%$	$\pm 0,05\%$	$\pm 0,06\%$	$\pm 0,10\%$	$\pm 0,06\%$	$\pm 0,13\%$

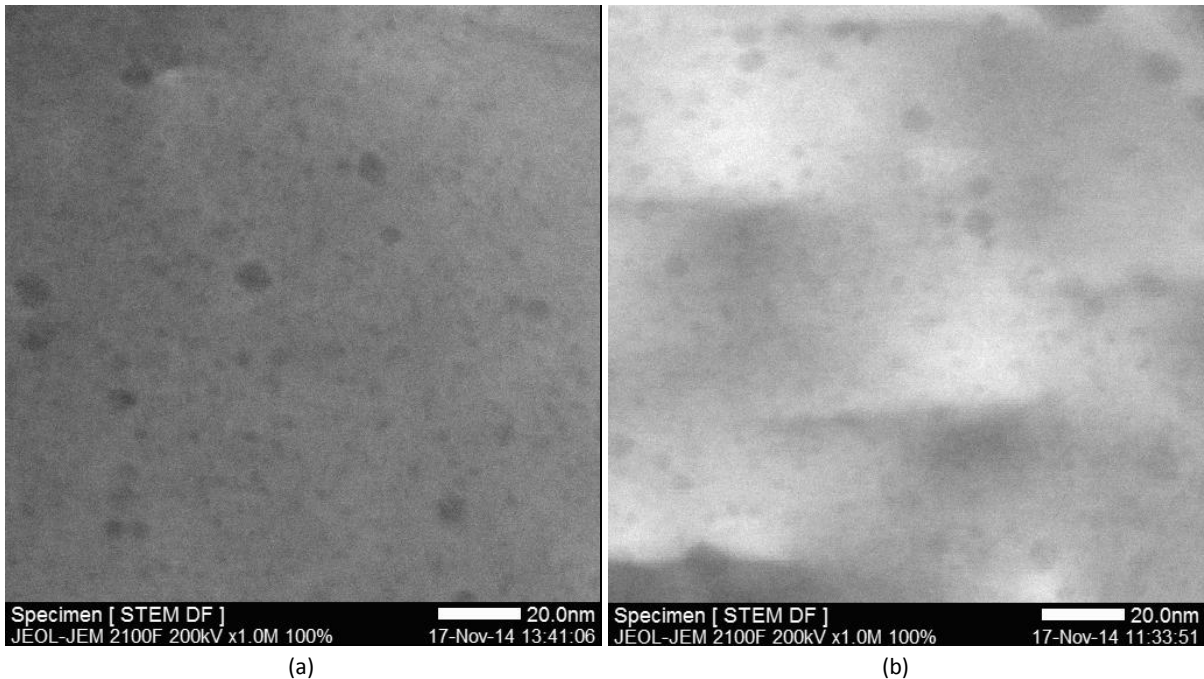
**Tableau 12** : Calcul d'incertitude concernant la fraction volumique des nuances comportant du titane.

En ce qui concerne la taille des nanoparticules, les rayons retenus correspondent aux rayons déterminés par MET. Les incertitudes associées sont données dans le Tableau 13.

	FaR	STi	Std	GP	Std-F	Rc	FoR
Incertitudes	$\pm 1,9$ nm	$\pm 2,3$ nm	$\pm 0,02$ nm	$\pm 1,4$ nm	$\pm 0,1$ nm	$\pm 0,7$ nm	$\pm 0,1$ nm

**Tableau 13** : Incertitudes de mesure des rayons moyens déterminés par MET.

Comme présenté précédemment, la distribution de taille de grain des aciers ODS est bimodale. La nano-précipitation jouant sur l'ancrage des joints de grain, il serait alors possible que l'origine éventuelle de cette différence de taille provienne d'une différence de précipitation entre grains. Pour répondre à cette question, des observations de la précipitation dans des gros grains et des petits grains ont été réalisées en MET-HAADF avec G. Renou (SIMaP, Grenoble). Cette étude s'est faite sur la nuance STi car, comme l'illustre la Figure 61, la distribution de la précipitation de cette nuance est étalée sur une large gamme de taille, ce qui devrait favoriser l'observation d'une éventuelle différence. Les résultats semblent montrer une similitude entre l'état de précipitation des gros grains et des grains nanométriques (Figure 63). Cette étude a également été effectuée sur la nuance recristallisée. Cette nuance est aussi intéressante car elle a subi une recristallisation à haute température, il y a eu des mouvements de joints de grain pour aboutir à cette microstructure de larges grains (sauf dans les zones non recristallisées). On remarque que la précipitation est la même dans un grain recristallisé que dans un grain non recristallisé (Figure 64). Il apparaît ainsi que la recristallisation n'a pas eu d'effet particulier sur la précipitation. Les données DXPA sur une nuance déformée à froid par compression de 70% et recuite à 1150°C, et qui présente une microstructure recristallisée quasi-complète, confirment que la distribution de la précipitation est similaire à la nuance initiale. De même, la comparaison des données DXPA entre la nuance recristallisée à 1400°C et la nuance ayant subi uniquement le traitement thermique à 1400°C confirme que l'évolution de la précipitation est uniquement due à l'effet de la température (Figure 65).



**Figure 63** : Etat de précipitation au sein d'un gros grain ( $> 3 \mu\text{m}$ ) (a) et d'un grain nanométrique ( $\approx 80$  nm) (b).

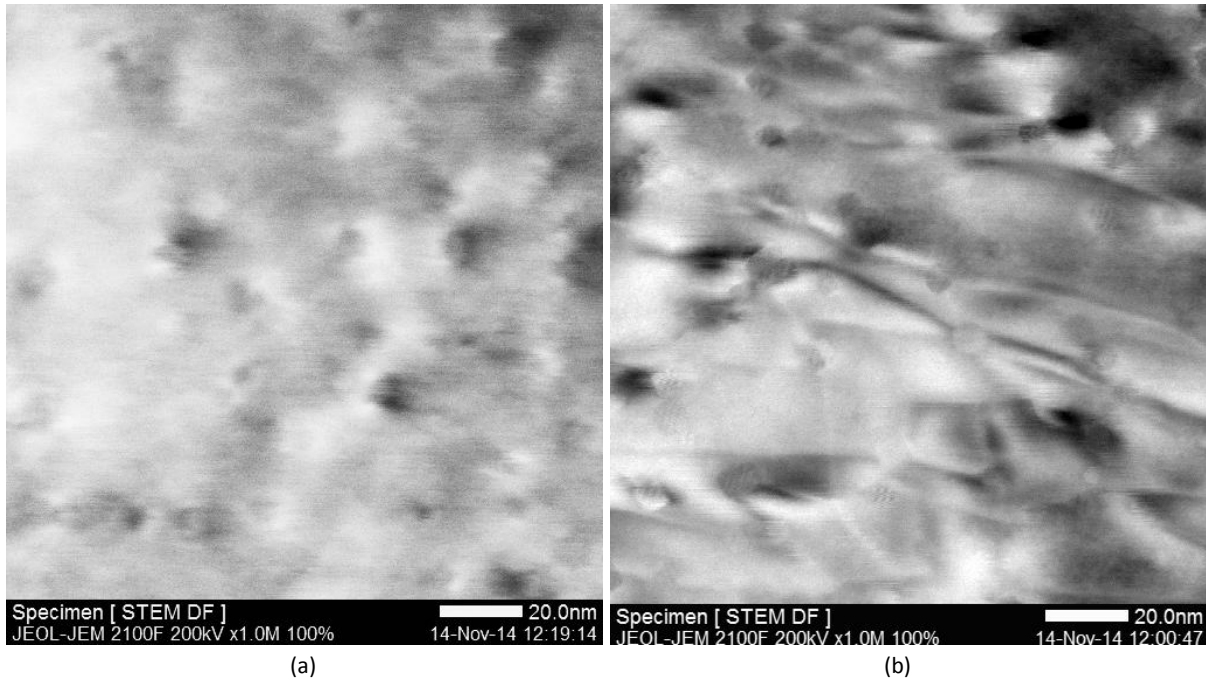


Figure 64 : Etat de précipitation au sein d'un grain recristallisé (a) et d'un grain non recristallisé (b).

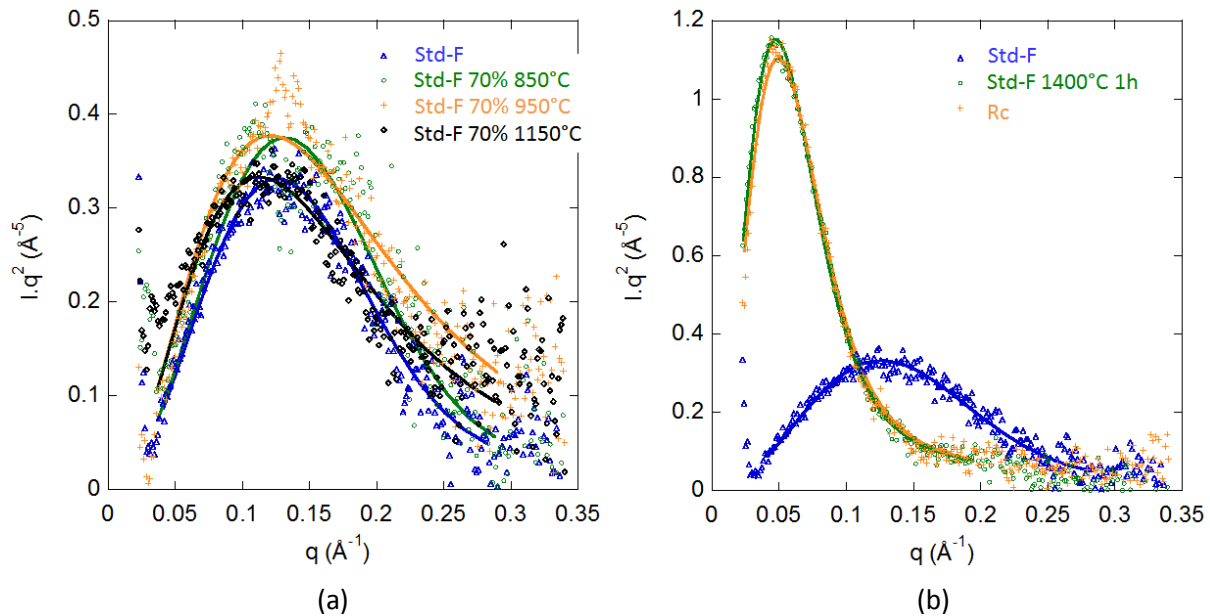
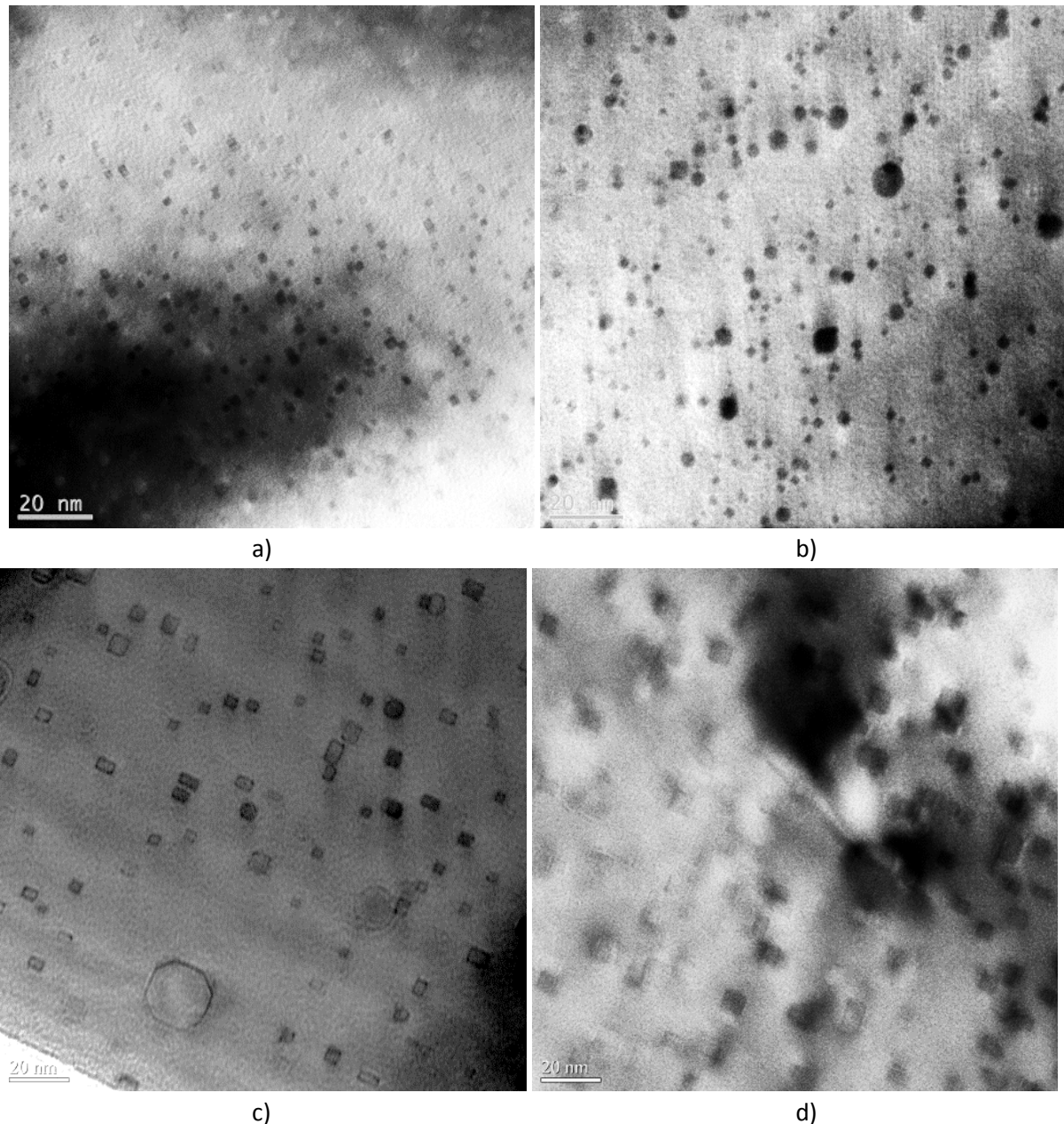


Figure 65 : Représentations de Kratky à partir des données DXPA pour le matériau Std-F comparé à l'état déformé de 70% (a) et 40% (b) recuits à différentes températures.

Enfin, la morphologie des nano-oxydes a également été étudiée par MET (Figure 66). Pour chacune des nuances modèles nano-renforcées, la présence d'une précipitation de forme cubique a été observée. Après traitements thermiques, une grande partie de ces précipités conservent cette forme cubique. Toutefois, la présence d'oxydes facettés ou ayant une forme plutôt sphérique est tout de même observée. La présence de certains nano-oxydes facettés ou de forme sphérique a également été notée au sein des nuances STi et FaR non recuites.



**Figure 66** : Micrographies obtenues par MET de la nuance Std a), de la nuance STi b), de la nuance Rc c) et de la nuance GP d).

#### 4. Synthèse et discussion

Différentes nuances modèles (principalement consolidées par compaction isostatique à chaud) ont été élaborées afin de comprendre l'influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques. Les paramètres microstructuraux principalement étudiés sont :

- La précipitation : l'effet de la teneur en renforts (nuances avec différents taux de renforts : FaR, Std, FoR), l'effet de la taille de la précipitation (nuance avec taille de précipités plus grand : GP), l'effet de la chimie de la précipitation (nuance sans ajout de titane : STi) et l'effet de la présence de précipités (nuance non renforcée : NR).
- La taille de grain (nuance recristallisée : Rc) a aussi été examinée.

Sept nuances ont ainsi été préparées et les microstructures obtenues caractérisées. Les observations confirment que les matériaux présentent bien la caractéristique souhaitée : teneurs de renforts différentes pour les nuances FaR, Std et FoR, taille de précipitation plus grande pour la nuance GP, chimie de la précipitation différente pour la nuance STi, absence de nano-renforts pour la nuance NR, nuance renforcée avec une taille de grain plus grande pour le matériau Rc. Néanmoins, si les nuances présentent la caractéristique recherchée, les différences « introduites » (teneurs, chimie, ...) ont aussi généralement impacté d'autres caractéristiques de la microstructure induisant ainsi certaines différences.

Les caractéristiques générales des matériaux sont les suivantes :

- NR : microstructure à gros grains et à petits grains martensitiques avec des zones riches en Cr et W.
- FaR : microstructure bimodale, renforcée par une faible teneur d'ODS et comportant des zones riches en Cr et W.
- Std : microstructure bimodale avec une teneur moyenne en renforts.
- FoR : microstructure bimodale avec forte teneur en ODS.
- STi : microstructure bimodale, comportant des zones riches en Cr et W, renforcée par une précipitation de chimie différente et de taille plus large.
- GP : microstructure bimodale avec une teneur moyenne en renforts mais une taille de précipitation plus large.
- Rc : microstructure à gros grains recristallisés et à petits grains non recristallisés, renforcée par une teneur moyenne d'ODS de taille plus large.

La précipitation nanométrique a été caractérisée par MET et DXPA. Du fait d'une limite de la technique de caractérisation, les données obtenues par MET sont surestimées par rapport aux données DXPA. Malgré cette légère différence, les données DXPA et MET sont en assez bon accord. Le rayon moyen des nanoparticules des nuances ODS modèles étudiées se situe entre 1 nm et 4 nm, comparables aux dernières nuances produites par les Américains ou les Japonais [106, 47, 188, 205]. Comparée aux premières nuances ODS [201, 206], la taille moyenne des particules est bien plus faible permettant ainsi d'améliorer les propriétés mécaniques (Chapitre IV).

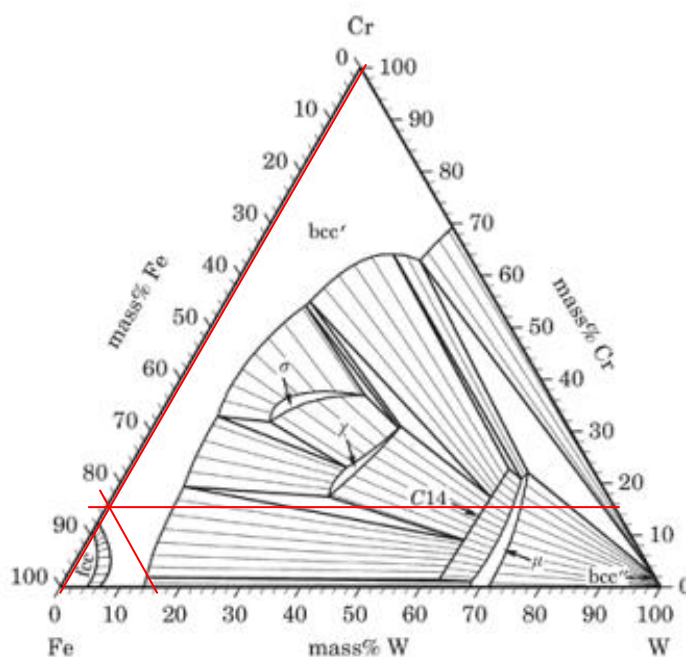
Différentes informations ont ainsi été mises en évidence :

- Effet du Ti : effet sur le diagramme de phase : existence de zones riches en Cr et W, effet sur la taille de la précipitation (grossière et nanométrique) et sur la taille de grain.
- Effet de l'ajout de renforts : effet sur la trempabilité et sur la bimodalité (associée au broyage).
- Effet de la teneur en renforts : rôle sur la taille de grain et sur la précipitation.
- Effets des traitements thermiques : pas de modifications de la taille de grain, impact sur la précipitation et présence de zones riches en Cr et W.
- Effet des traitements thermomécaniques : impact sur la texture, pas d'effet sur la précipitation et présence de zones riches en Cr et W.

Les différentes données microstructurales sont résumées dans le Tableau 15.

#### 4.1. Effet du Ti

Un effet du titane sur le diagramme de phase est suspecté. En effet, la présence de zones enrichies en Cr et en W a été observée au sein des nuances Fe-14Cr-1W comportant peu voire pas de titane, contrairement aux nuances à plus forte teneur. Ces zones correspondent à des zones martensitiques (acier NR) ou des zones ferritiques à grains nanométriques (aciers FaR et STi). L'origine de ces hétérogénéités chimiques provient apparemment d'un passage dans le domaine biphasé  $\alpha + \gamma$  lors de la consolidation à chaud (1100°C / 2 h). Une partie se transforme alors en austénite pendant que l'autre partie garde sa structure cubique centrée typique de la ferrite. Toutefois, comme l'illustre le diagramme ternaire Fe-Cr-1W en Figure 67, les aciers ferritiques étudiés ne devraient pas présenter de transformation et ainsi garder une structure cristalline cubique centrée.



**Figure 67** : Diagramme ternaire Fe-Cr-W à 1100°C [34] et détermination de la structure cristalline d'un acier Fe-14Cr-1W.

La seule hypothèse pouvant expliquer cette variation de la microstructure serait une augmentation du domaine austénitique de par la présence d'éléments gammagènes tels que l'azote, le carbone, le manganèse ou le nickel. Des analyses chimiques complémentaires ont été effectuées par le bureau Veritas sur les nuances NR, FaR, STi, Std et Std-F (Tableau 14).

	% massique Ni	% massique N	% massique C	% massique Mn
NR	0,21	0,03	0,01	0,30
FaR	0,21	0,11	0,05	0,28
STi	0,21	0,07	0,03	0,28
Std	0,22	0,04	0,03	0,28

**Tableau 14** : Dosage des éléments gammagènes Ni, N, C et Mn dans les nuances NR, FaR, STi et Std.

Comme le soulignent P.J. Cunat et J. Varriot, le nickel joue un rôle significatif sur la boucle  $\gamma$  pour des teneurs massiques supérieures à 1% [34, 207], néanmoins la teneur massique moyenne obtenue pour chacune des nuances ne dépassent pas 0,21%. Bien que classé parmi les éléments



gammagènes, le manganèse exerce un rôle différent de celui du nickel. En effet, il n'impacte pas la taille du domaine austénitique mais joue plutôt sur la cinétique de transformation lors du refroidissement en stabilisant l'austénite formée aux hautes températures [34]. Ainsi, les éléments pouvant finalement jouer un rôle important sur le domaine austénitique sont l'azote et le carbone. Comme l'illustre la Figure 68, lorsque la teneur en carbone augmente, le domaine biphasé ainsi que le domaine  $\gamma$  augmentent. La teneur en carbone est de 0,01% pour la nuance NR alors qu'elle fluctue entre 0,03 et 0,05% pour les nuances ferritiques renforcées. Les nuances renforcées sembleraient donc plus susceptibles à un effet du carbone (et de l'azote aussi d'ailleurs). Toutefois, l'addition d'un élément stabilisant, comme le titane, permettrait de piéger l'azote et le carbone sous forme de précipités. Ainsi, l'absence de titane au sein des nuances NR et STi expliquerait pourquoi une transformation  $\alpha$  en  $\alpha + \gamma$  se produit durant la chauffe sur ces nuances. Le diagramme pseudo-binaire d'une nuance Fe-C à 14%Cr-1W obtenu par calcul Thermo-Calc confirme ainsi cette tendance (Figure 69).

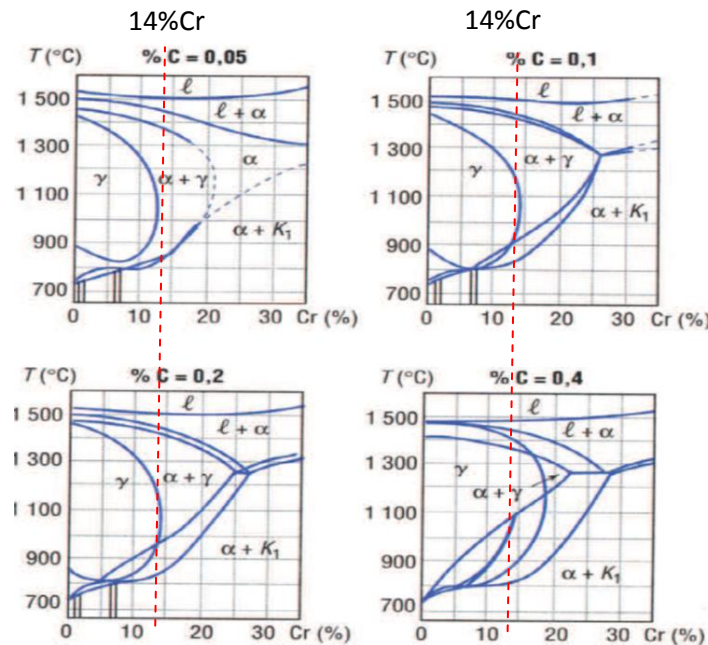
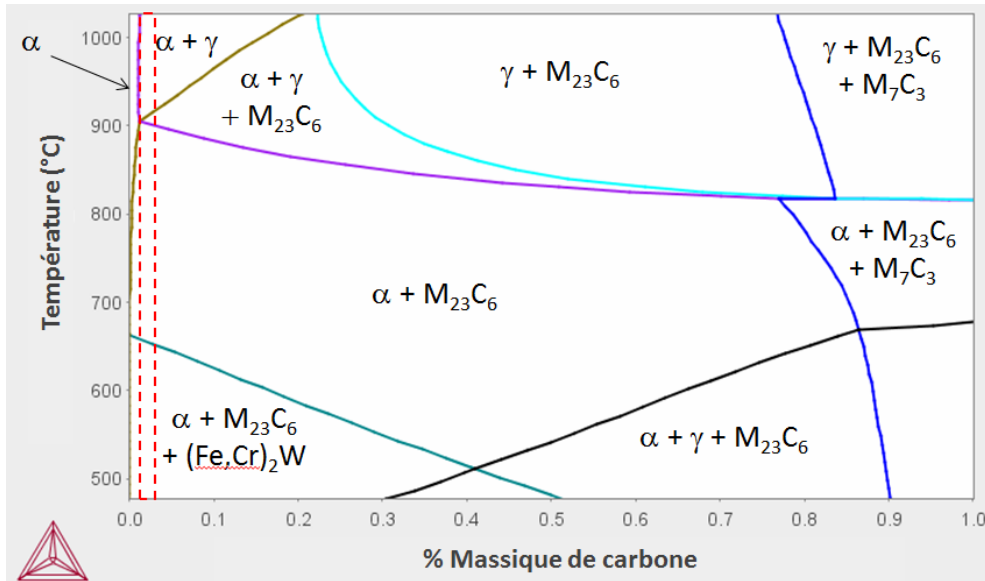
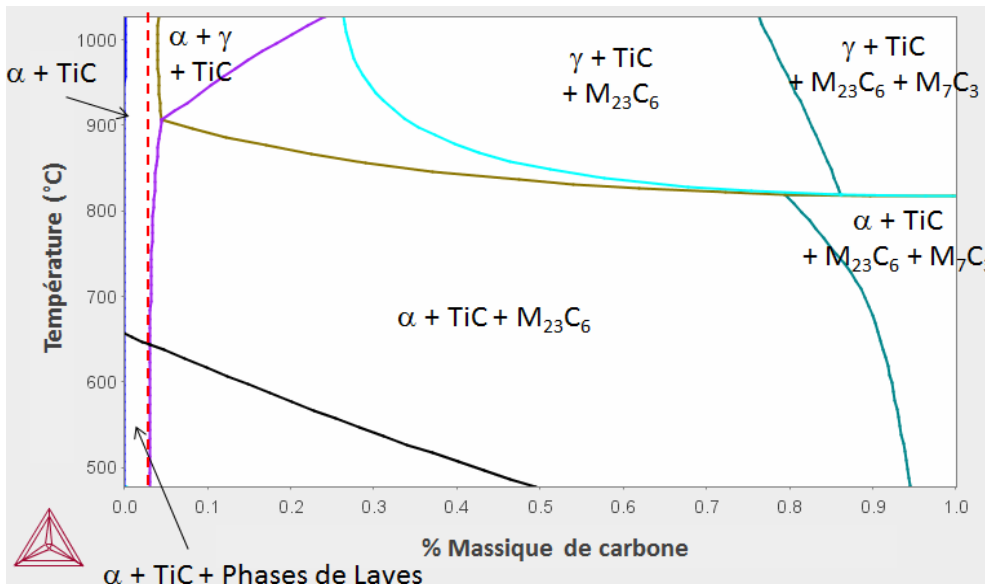


Figure 68 : Diagramme pseudo-binaire fer-chrome à différentes teneurs en carbone [208].



**Figure 69** : Diagramme pseudo-binaire fer-carbone avec 14%Cr-1W calculé par Thermo-Calc. Le cadre en rouge pointillé correspond à la gamme de teneur massique de carbone mesurée sur les aciers ODS NR et STi.

Par ailleurs, un autre calcul de diagramme pseudo binaire, basé sur la composition chimique de la nuance Std, a été effectué sous le logiciel Thermo-Calc (Figure 70). La teneur en titane, utilisée dans ce calcul, correspond à la teneur, estimée par bilan matière, n'ayant pas précipité sous forme d'oxydes nanométriques de type Y-Ti-O ( $\approx 0,13\%$  massique contre  $0,18\%$  massique pour l'acier Std-F). Tout d'abord, un domaine ferritique plus large est observé en présence de titane. Ensuite, comme illustré sur le diagramme pseudo-binaire, l'acier Std garderait sa structure ferritique tout au long de la chauffe. Cela confirme également le comportement observé sur l'acier Std-F en dilatométrie et en calorimétrie (Figure 41 et Figure 42).

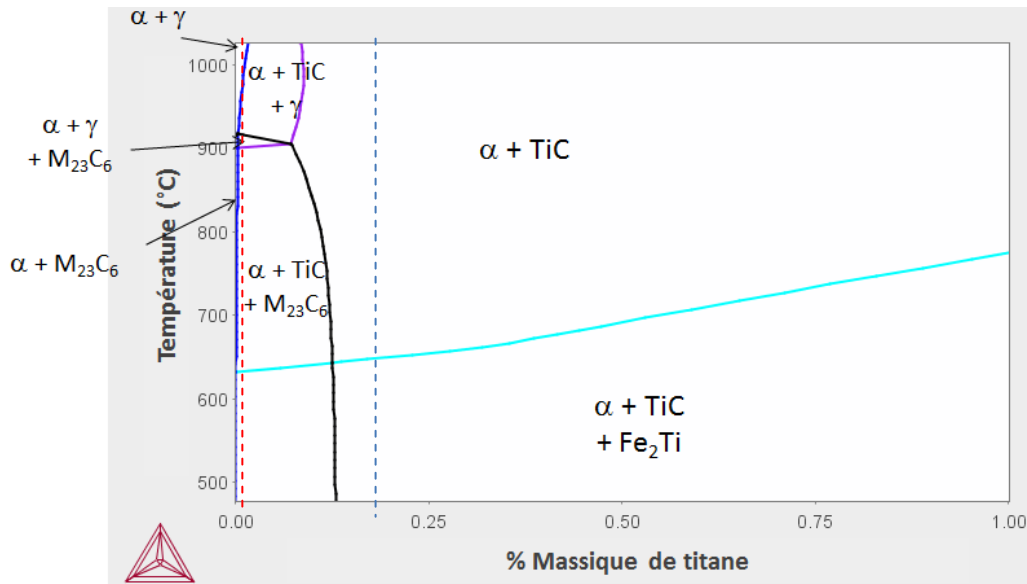


**Figure 70** : Diagramme pseudo-binaire fer-carbone de l'acier Std calculé avec Thermo-Calc. La droite en pointillée correspond à la teneur en carbone mesurée sur l'acier ODS Std.

Enfin, un dernier calcul de diagramme pseudo binaire a été effectué sous le logiciel Thermo-Calc en utilisant une composition chimique Fe-14Cr-1W-0,04C et en jouant sur la teneur massique de titane (Figure 71). La teneur en carbone utilisée dans ce calcul correspond à la valeur moyenne mesurée sur



les nuances ODS Std-F et FaR. Dans un premier temps, l'état ferritique de la nuance Std-F, comportant 0,18% de titane tel qu'énoncé précédemment, est de nouveau vérifié. Au contraire, la nuance FaR comportant très peu de titane ( $\approx 0,06\%$  massique) traverse le domaine biphasé  $\alpha + \gamma$ , conformément aux observations de calorimétrie.



**Figure 71** : Diagramme pseudo-binaire fer-titane d'un acier Fe-14Cr-1W-0,04C calculé avec Thermo-Calc. La droite en pointillée rouge correspond à la teneur en titane calculée pour l'acier FaR. La droite en pointillée bleue correspond à la teneur en titane calculée pour l'acier Std-F.

L'autre effet du titane porte sur la précipitation grossière et nanométrique. Pour chacune des nuances modèles, une précipitation grossière ( $\approx 100\text{nm}$ ) a été observée sous forme de chapelets. La nature des précipités varie selon la composition de la nuance. Ainsi, en l'absence de titane, ces précipités sont riches en chrome et en oxygène. Il est possible que ces précipités riches en chrome soient également présents sous forme de carbure de type  $(Fe, Cr)_{23}C_6$  comme l'observent Olier [149] ou encore Auger [39]. A l'inverse, l'addition de titane permet de former des oxydes riches en titane et en aluminium. En effet, comme le souligne Cunat, l'affinité du titane avec l'oxygène et le carbone est plus élevée que le chrome [34]. Ces observations sont en bon accord avec la corrélation taille de particules/chimie de Sakasegawa [44].

Pour les nanoparticules, une augmentation de leur taille moyenne est observée lorsque du titane est rajouté en plus de l'oxyde d'yttrium. Cet effet a été observé par Okuda en 1989 [31] puis confirmé par Kim, Ratti ou encore Alinger [106, 114, 115]. Il faut toutefois souligner que nos observations ont mis en évidence une forte présence de précipités nanométriques très fins et que si la taille moyenne augmente au final lorsqu'il n'y a pas de Ti c'est car une distribution bien plus étalée vers les grandes tailles est obtenue. Il est aussi noté que l'absence de titane conduit à une taille de grain moyenne légèrement plus grande aussi.

#### 4.2. Effet de l'ajout de renforts

Deux effets sont observés.

D'une part, l'ajout de renfort a un impact sur le diagramme TRC. La nuance non renforcée présente des zones martensitiques contrairement aux nuances modèles renforcées par une dispersion d'oxydes STi et FaR qui, elles aussi, présentent une transformation de phase à haute température. Comme l'illustrent Brachet et al. et Lambard, cela est dû aux phases nanométriques qui influent sur

la cinétique de trempe en diminuant la vitesse critique de formation de martensite [202, 209]. Enfin, les mesures de calorimétrie ont mis en évidence un effet de l'ajout de renforts sur les températures de début de transformation de la ferrite en austénite ( $Ac_1$ ). En l'absence de renforts, la température  $Ac_1$  est plus faible.

D'autre part, les caractérisations microstructurales montrent très clairement un fort effet de l'ajout de renforts lors du cobroyage sur la taille de grain obtenue. En effet, en l'absence de nanoparticule, la microstructure est composée de gros grains ferritiques ainsi que de zones martensitiques. Dès lors que l'oxyde d'yttrium (avec ou sans titane) sont ajoutés lors du broyage, la microstructure devient bimodale (voire même multimodale) avec des grains dont la taille est supérieure à 1  $\mu\text{m}$  et des zones composées de grains nanométriques ( $\approx 100\text{nm}$ ). Cette distribution bimodale est constamment observée pour des aciers ODS ferritiques élaborés par compaction isostatique à chaud [39, 139, 141].

#### **4.3. Effet de la teneur en renforts**

La taille moyenne des nanoparticules ne diminue que légèrement malgré une augmentation du taux de renforts. Seule la densité et ainsi la fraction volumique augmentent avec le taux de renforts. En 2002, Ukai et ses collaborateurs ont étudié l'évolution de la précipitation de nuances ODS Fe-12Cr-2W renforcés avec : 0,13% Ti - 0,13%  $\text{Y}_2\text{O}_3$  et 0,22% Ti - 0,22%  $\text{Y}_2\text{O}_3$  [211]. Ils observent également une augmentation de la fraction volumique cependant la taille moyenne des précipités diminue d'environ 1 nm. Ces observations sont en bon accord avec le fait que lorsque le taux de titane augmente, la distribution de taille des nanoparticules est resserrée sur des petites tailles. Il apparaît ainsi que l'étude de l'effet du taux de renforts se résume globalement à celle de l'effet de la fraction volumique de renforts.

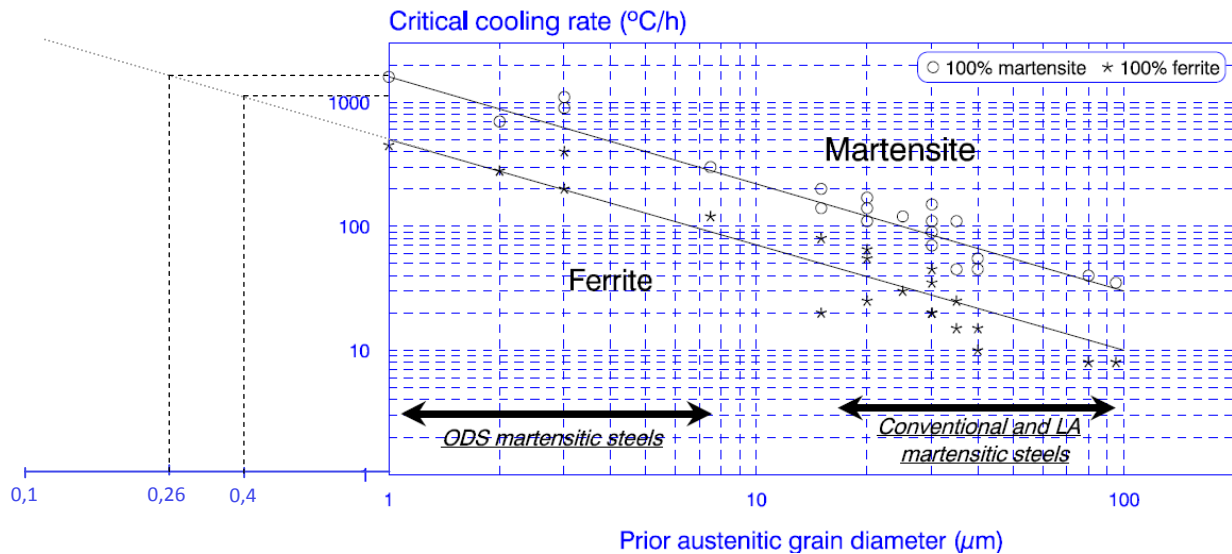
Enfin, les analyses EBSD ont mis en évidence une évolution de la taille de grain avec le taux de renforts. Un affinement de la taille de grain est ainsi observé lorsque le taux de renforts augmente, ce qui est en accord avec les études menées par Dou [42]. La croissance des grains nanométriques est ralentie par l'épinglage des nanoparticules pendant le cycle d'élaboration. Cayron confirme cet effet de la précipitation sur l'évolution de la taille de grain. En effet, la nuance EUROFER renforcée par 0,2% d'oxyde d'yttrium comporte 40% en surface de grains nanométriques alors que l'acier EUROFER renforcé avec 1% de renforts en comporte 70% [143]. Cela a également été observé par Hoelzer et ses collaborateurs [153]. A l'aide d'analyses *in situ* par diffraction des rayons X au rayonnement synchrotron Soleil, Boulmat et al. ont observé une croissance de grains s'accompagnant d'une diminution de la densité de dislocations lors d'un traitement représentatif de celui suivi lors de la CIC ; soit un phénomène de recristallisation. Ce phénomène de recristallisation est également ralenti lorsque le taux de renforts augmente du fait d'une forte pression de Zener [151].

#### **4.4. Effet de la taille de grain**

Une différence de température critique a été observée entre les nuances STi et FaR. En effet, pour une vitesse de refroidissement de 0,5°C/s l'acier STi est quasiment 100% ferritique alors qu'une grande partie de l'austénite formée lors de la chauffe se transforme en martensite pour l'acier FaR. L'acier FaR est 100% ferritique pour des vitesses de trempe inférieures à 0,2°C/s.

Pour un acier ODS EUROFER 97 présentant une microstructure bimodale, Danon et al. montrent l'existence d'une double population de grains d'austénite parents. Il souligne que l'austénite se forme d'abord au niveau des petits grains avant de se développer au niveau des gros grains [211]. Ainsi, la taille des grains d'austénite formés lors de la chauffe des nuances FaR et STi pourrait

globalement correspondre à la taille moyenne des grains nanométriques. En s'appuyant sur les travaux de Brachet [202] et les données EBSD, la vitesse de refroidissement critique a été estimée avec la taille moyenne des grains ultrafins. Les nano-grains de la nuance STi font en moyenne 260 nm alors que ceux de la nuance FaR font 410 nm. En extrapolant le graphe de Brachet, représentant l'évolution de la vitesse critique de refroidissement en dessous de laquelle toute l'austénite se transforme en ferrite, on trouve une vitesse de refroidissement critique environ égale à 1700°C/h (soit 0,47°C/s) pour la nuance STi et à 1150°C/h (soit 0,32°C/s) pour la nuance FaR. Ces données sont en bon accord avec les essais de dilatométrie et montrent ainsi que la différence de cinétique entre la nuance STi et la nuance FaR provient de la différence de taille des grains ultrafins.



**Figure 72** : Evolution de la vitesse critique de refroidissement en fonction de la taille des grains austénitiques [202].

Un décalage du domaine ferritique a également été observé sur la nuance FaR par rapport à la nuance STi. Il se pourrait que cela soit dû à l'homogénéité morphologique des grains composant la microstructure de la nuance FaR. En effet, l'acier STi est composé d'îlots de grains nanométriques alors qu'à l'inverse, les zones à grains nanométriques de la nuance FaR sont distribuées de manière homogène.

#### 4.5. Effet des traitements thermiques

Avec une taille moyenne de grains similaire à la taille moyenne de grains de la nuance Std, l'acier GP, recuit à 1400°C pendant une heure, présente une excellente stabilité thermique. Au contraire, à ces températures, des aciers ODS tels que les aciers ferritiques ODS MA956 [201] et Fe-14Cr-1W-0,3Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [193] filés exhibent quant à eux une évolution de la taille de grain, voire même une recristallisation. Cette excellente stabilité thermique provient probablement de la faible densité de dislocations mesurée dans les nuances ODS ferritiques consolidées par CIC et de la taille des nanoparticules qui, malgré la coalescence, reste faible.

Une augmentation de la taille des nanoparticules a été notée pour les nuances GP et Rc. Un recuit à 1400°C conduit ainsi à une croissance de la précipitation. Selon la littérature, cette croissance de précipitation se produirait selon un murissement d'Ostwald [161, 190]. La stabilité thermique des oxydes d'yttrium a été étudiée par bon nombre d'auteurs. De manière générale, ils observent une excellente stabilité des oxydes en température pour des temps courts de l'ordre de quelques heures jusqu'à 1200°C [185, 186, 188]. Les analyses menées en DXPA pour des recuits d'une heure avec des

températures inférieures à 1250°C confirment la stabilité des oxydes. Pour des temps beaucoup plus longs, la croissance de précipitation a par contre été observée à partir de 1000°C [191, 189]. Selon Zhong, la bonne stabilité thermique des nano-oxydes provient du ratio Y/Ti. Plus ce ratio est élevé, plus l'énergie d'interface entre les particules et la matrice est minimisée (forte cohérence entre le précipité et la matrice) améliorant ainsi la stabilité des nano-oxydes. Au contraire, lorsque le ratio Y/Ti est inférieur à 1, les particules vont croître beaucoup plus rapidement du fait de l'absence de cohérence forte entre la matrice et les précipités [213].

Enfin, après traitements thermiques, l'apparition de zones appauvries en chrome et en tungstène a été observée par microsonde de Castaing. Les dosages d'éléments chimiques tels que le carbone et l'azote n'ont pu être faits du fait d'un manque de matière (petit pion compressé pour la nuance Rc et nuance en partie fondue lors du traitement thermique pour l'acier GP). On peut tout de même suspecter l'absence de changement de composition entre l'état initial et l'état recuit. Ainsi, seuls des éléments chimiques extérieurs, principalement gammagènes tel que le carbone, ont pu contaminer les nuances durant le traitement thermique.

#### **4.6. Effet des traitements thermomécaniques**

L'acier ferritique ODS Std-F recrystallise après avoir subi une déformation à froid de 40% par compression suivi d'un recuit à 1400°C pendant une heure. Le phénomène de recrystallisation se traduit par la présence de gros grains équiaxes d'environ 10 µm de diamètre. Cependant cette recrystallisation n'est pas complète du fait de la présence de grains nanométriques déformés n'ayant pas recrystallisé. La texture de fibre  $\alpha$   $\langle 110 \rangle$ , parallèle à la direction de filage a disparu au profit d'une nouvelle texture de fibre parallèle à la direction de filage : une fibre  $\gamma$   $\langle 111 \rangle$ . Ce type de texture a également été observé par Guessasma et al. sur des aciers Fe-40% Al (% atomique) renforcés par une dispersion d'oxyde d'yttrium [214]. Cette texture résiduelle provient de la première étape du traitement thermomécanique : la déformation à froid (annexe 2). En effet, pour des aciers de structure cristalline cubique centrée, une orientation cristallographique de type  $\langle 111 \rangle$  est généralement observée après compression à froid [214]. Les zones non recrystallisées possèdent une orientation cristallographique préférentielle selon la direction  $\langle 111 \rangle$ . Il est possible que la texture résiduelle  $\langle 111 \rangle$  soit principalement due à l'orientation de ces grains non recrystallisés.

Une différence de cinétique de recrystallisation a également été observée entre la nuance Std consolidée par CIC et celle consolidée par filage. En effet, alors que l'acier Std-F déformé à froid de 40% et recuit une heure à 1400°C recrystallise, l'acier Std traité thermomécaniquement avec les mêmes conditions présente seulement 50% de zones recrystallisées. Le même constat a été fait sur les états déformés de 70% et recuits à différentes températures (annexe 2).

L'évolution de la précipitation entre la nuance Std-F à l'état initial et les états métallurgiques pour différentes conditions de traitements thermomécaniques a également été analysée par DXPA. Une croissance de la précipitation a été observée sur la nuance Rc, toutefois le signal de DXPA est le même que pour une nuance Std-F traitée thermiquement 1 h à 1400°C, ce qui suggère une absence d'effet de la recrystallisation, mettant ainsi en doute l'hypothèse de Saliez [216] et de Dawson [217] sur la dissolution des nanoparticules lors du passage d'un joint de grains. D'ailleurs, les signaux de DXPA obtenus sur l'acier Std-F déformé à froid de 70% et recuit à différentes températures comprises entre 850 et 1150°C ne montrent aucune évolution, et l'acier Std-F-70%-1150°C présente une microstructure recrystallisée, confirmant l'absence d'effet des joints de grain sur les précipités. Enfin, les caractérisations MET-HAADF, mettant en évidence une précipitation similaire entre les grains recrystallisés et les grains non recrystallisés, confortent les observations précédentes.



	Composition nominale	Texture cristallographique	Taille moyenne de grains ( $\mu\text{m}$ )	Densité de dislocations ( $\text{m}^{-2}$ )	Rayon moyen des précipités par MET (nm)	Fraction volumique par DXPA (%)	Chimie des précipités
<b>NR</b>	Fe-14Cr-1W	Aucune	27,6	$3.10^{14}$	0	0	-
<b>FaR</b>	Fe-14Cr-1W-0,05Ti-0,05Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Aucune	4,3	$1.10^{14}$	1,9	0,32	Y <sub>2</sub> Ti <sub>2</sub> O <sub>7</sub>
<b>STi</b>	Fe-14Cr-1W-0,3Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Aucune	9,0	$1.10^{14}$	2,6	0,46	YCrO <sub>3</sub>
<b>Std</b>	Fe-14Cr-1W-0,3Ti-0,3Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Aucune	6,5	$1.10^{14}$	1,3	0,72	Y <sub>2</sub> TiO <sub>5</sub>
<b>GP</b>	Fe-14Cr-1W-0,3Ti-0,3Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Aucune	6,7	$1.10^{13}$	3,6	0,99	Y <sub>2</sub> Ti <sub>2</sub> O <sub>7</sub>
<b>Std-F</b>	Fe-14Cr-1W-0,3Ti-0,3Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Texture de fibre <110>	1,2 x 0,4	$5.10^{14}$	1,4	0,51	Y <sub>2</sub> Ti <sub>2</sub> O <sub>7</sub>
<b>Rc</b>	Fe-14Cr-1W-0,3Ti-0,3Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Texture de fibre <111>	9,5	$5.10^{12}$	3,0	0,67	Y <sub>2</sub> Ti <sub>2</sub> O <sub>7</sub>
<b>FoR</b>	Fe-14Cr-1W-1Ti-1Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Aucune	1,8	$5.10^{13}$	1,0	1,32	Y <sub>2</sub> TiO <sub>5</sub>

Tableau 15 : Principales caractéristiques microstructurales des différentes nuances de l'étude.



## **IV. Influence des différents paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques**

### **1. Etat de l'art**

Une grande variété de résultats d'essais mécaniques, que ce soit en traction ou en fluage, réalisés sur des aciers ferritiques / martensitiques renforcés par une dispersion d'oxydes est disponible dans la littérature. Ces essais mécaniques ont notamment permis de comprendre l'influence de nombreux paramètres sur les propriétés mécaniques (vitesse de déformation, taille de grain, anisotropie, densité et nature des nanoparticules, etc...).

#### **1.1. Propriétés des aciers ODS en traction**

Une amélioration des propriétés mécaniques (limite d'élasticité, résistance maximale et temps à rupture en fluage) est généralement observée lors de l'ajout d'ODS. Ceci est illustré sur la Figure 73 où les aciers renforcés par une dispersion d'oxydes 14YWT (Fe-14Cr-3W-0,4Ti-0,25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) et Fe-12Cr ODS CIC présentent une limite d'élasticité largement plus élevée que celle obtenue pour les aciers dépourvus d'yttrium 14WT (Fe-14Cr-3W-0,4Ti) et Fe-12Cr CIC.

Une augmentation de la limite d'élasticité avec la teneur en chrome est observée. Ces résultats sont également observés dans la littérature entre les nuances MA956/MA957 [23].

Le titane et le tungstène semblent améliorer les propriétés mécaniques. Ainsi, en l'absence de titane et de tungstène, l'acier ODS 12Y1 (Fe-12Cr-0,25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) présente une limite d'élasticité 30% plus faible que l'acier ODS 12YWT (Fe-12Cr-2,5W-0,4Ti-0,25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) à température ambiante. Pour des températures plus élevées, cette différence de limite d'élasticité semble varier peu et reste aux alentours de 300 MPa.

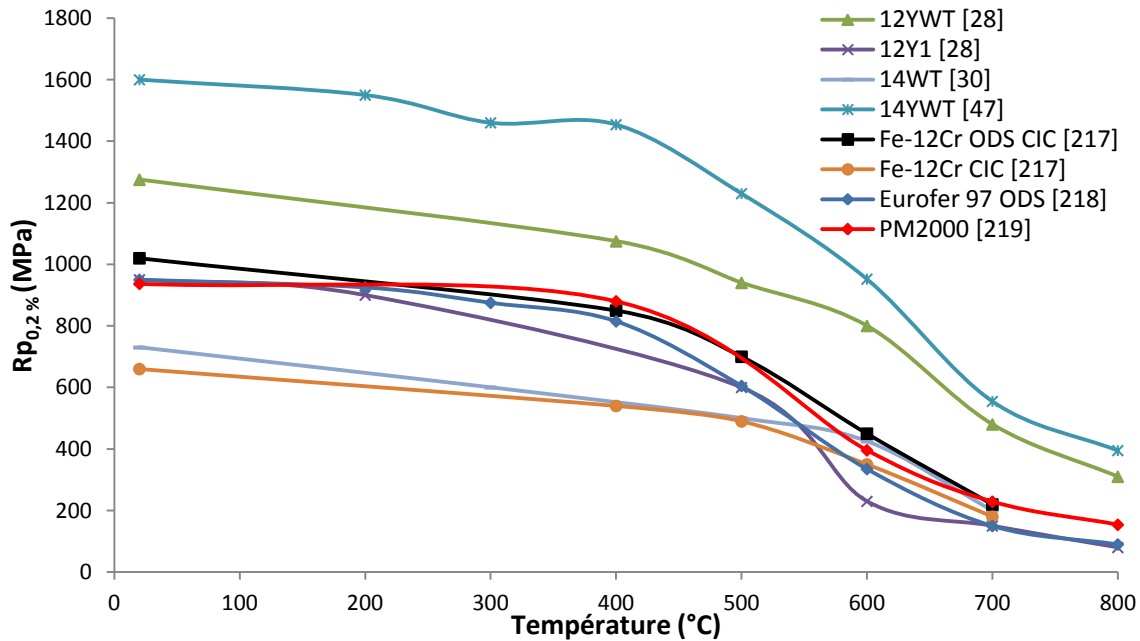
Enfin, la nuance ODS 12% Cr élaborée par CIC possède une limite d'élasticité plus faible que l'acier 12YWT filé sollicité dans le sens du filage, et ce pour toutes les températures. Cette différence est liée à la texture morphologique et cristallographique observée après filage qui conduit à une anisotropie des propriétés mécaniques. L'anisotropie des propriétés mécaniques d'aciers ferritiques ODS filés a été caractérisée par Ratti, Praud ou encore Steckmeyer [45, 37, 50] et il en ressort que les propriétés mécaniques (limite d'élasticité, résistance maximale, durée de vie en fluage) sont supérieures lorsque le matériau est sollicité dans la direction de filage.

Pour chacune des nuances répertoriées, la limite d'élasticité diminue avec la température. Une chute des propriétés, plus ou moins importante selon la nuance, est observée au-delà de 400°C.

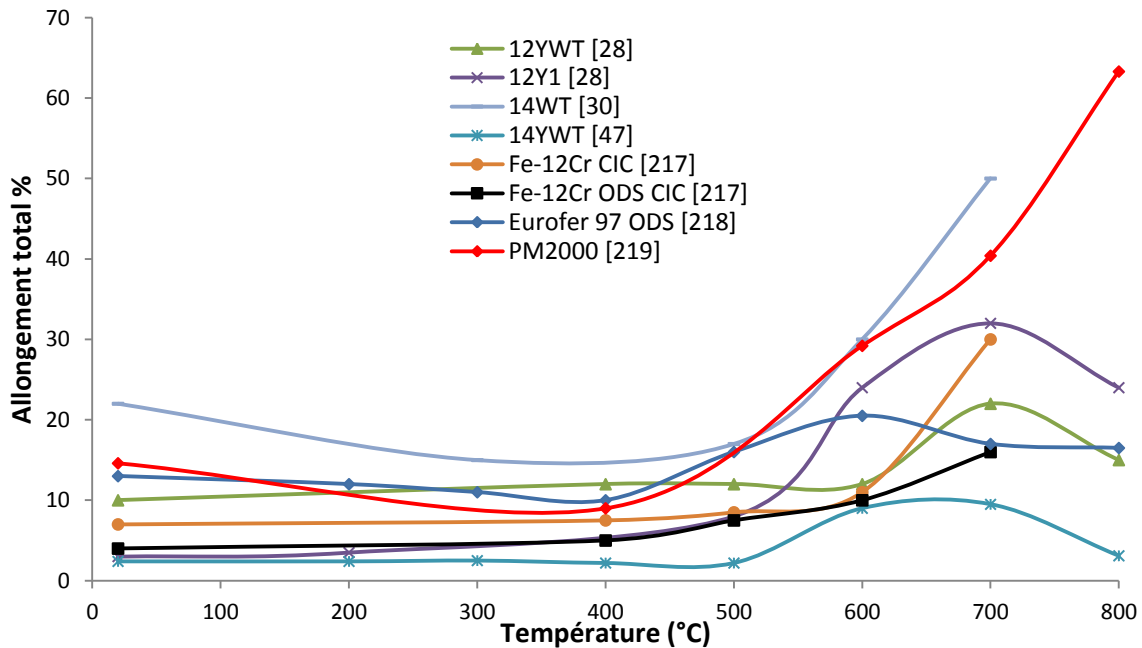
La Figure 74, présentant l'évolution de l'allongement total des différents matériaux en fonction de la température d'essai, met en évidence un incrément de l'allongement à haute température pour toutes les nuances. Pour les aciers Eurofer97 ODS, 12YWT, 12Y1 et 14YWT, un maximum existe, définissant ainsi un pic d'allongement. Pour les aciers PM2000, 12Cr CIC, 12Cr ODS CIC et 14WT, il est difficile de certifier la présence de ce pic d'allongement. Selon Garofalo [61], ce pic d'allongement pourrait correspondre à une transition de mécanismes d'endommagement intra/intergranulaire.



Dans les études de Praud, ce pic d'allongement semble également avoir un lien avec le pic de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation (pic de viscosité) [37].



**Figure 73** : Comparaison de la limite d'élasticité mesurée sur une large gamme de température, pour différents aciers ferritiques / martensitiques [28, 30, 47, 217, 218, 219].



**Figure 74** : Comparaison de l'allongement total, mesuré sur une large gamme de température, pour différents aciers ferritiques / martensitiques [28, 30, 47, 217, 218, 219].

## 1.2. Propriétés des aciers ODS en fluage

Les nuances ferritiques / martensitiques ont été renforcées par une dispersion d'oxydes dans le but d'accroître les propriétés mécaniques en fluage (diminution de la vitesse de fluage secondaire et augmentation de la durée de vie) aux hautes températures, toutefois l'allongement à rupture ainsi que le coefficient de striction se dégradent. Comme l'illustre la Figure 75, la durée de vie de l'acier

EUROFER 97 ODS est plus élevée lorsque la nuance est renforcée [220]. Cette observation a également été faite par Ukai [46, 210], Klueh [28] ou encore Ratti [45]. Klueh souligne que la densité de nanoparticules joue aussi un rôle important sur la résistance en fluage. En effet, la nuance comportant les nanoparticules les plus petites et en plus grande densité est celle qui présente les meilleures propriétés en fluage [28]. Cependant, dans les aciers ODS le domaine tertiaire est quasiment absent sur la courbe de fluage laissant place à une brusque accélération de la vitesse de déformation, ce qui peut entraîner des difficultés de conception.

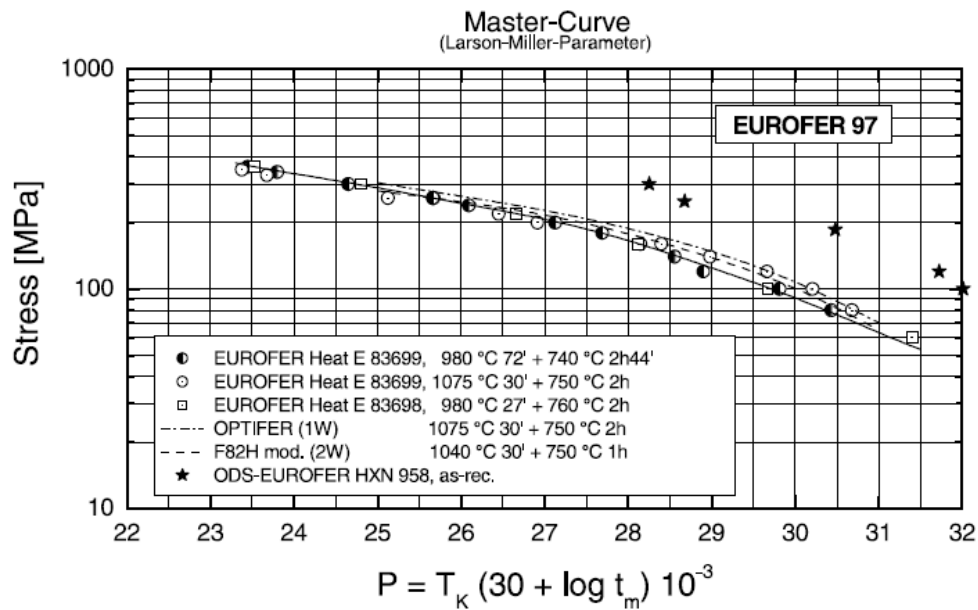


Figure 75 : Résistance en fluage de l'acier EUROFER 97 ODS et non ODS [220].

Un fort lien entre les propriétés en fluage et la microstructure - plus particulièrement la taille des grains- a également été mis en évidence sur un alliage ODS Ni<sub>3</sub>Al [221]. Les propriétés en fluage d'un acier ODS recristallisé exhibent également une meilleure tenue en fluage que celle obtenue dans le sens transverse d'une nuance filée [210, 222]. Enfin, Alamo et al. montrent que pour de faibles contraintes appliquées à 650°C, l'acier MA957 avec une microstructure à gros grains recristallisés résiste mieux que l'acier MA957 à grains fins [19].

La déformation à rupture des aciers ODS est connue pour être faible pour de faibles contraintes et de hautes températures. En se basant sur les résultats obtenus sur une nuance Fe-14Cr-1W renforcée avec 0,3% d'Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et 0,3% de Ti et filée à chaud, des déformations à rupture de l'ordre de 1% à faibles contraintes sont obtenues. Au contraire, la déformation à rupture augmente lorsque la contrainte se rapproche de la limite d'élasticité. De très faibles vitesses de fluage secondaire sont également observées [223].

Selon les conditions des essais de fluage, des données telles que l'énergie d'activation  $Q$  ou l'exposant de contrainte  $n$  (équation I.1) peuvent être déterminées. L'énergie d'activation  $Q$  correspond à l'évolution de la vitesse de fluage secondaire  $\dot{\epsilon}$  en fonction de la température et ce à contrainte constante :

$$R \times Q = \frac{\delta \ln \dot{\epsilon}}{\delta \frac{1}{T}} \text{ équation IV.4}$$

Avec  $R$  la constante des gaz parfaits.

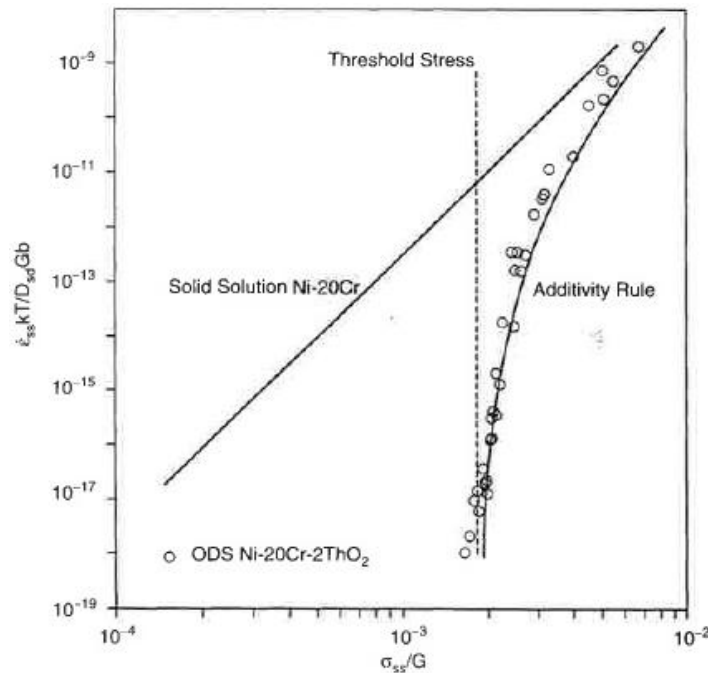
L'exposant de contrainte  $n$  correspond à l'évolution de la vitesse de fluage secondaire  $\dot{\epsilon}$  en fonction de la contrainte imposée, et ce pour une température donnée :

$$n = \frac{\delta \ln \dot{\epsilon}}{\delta \ln \sigma} \text{ équation IV.5}$$

Les aciers nano-renforcés possèdent des valeurs d'exposant de contrainte  $n$  très élevées. Il vaut notamment près de 35 pour le MA 957, 12 pour le DT et plus de 20 pour le DY [22]. Ces valeurs sont à comparer aux exposants mesurés dans la plupart des métaux conventionnels où  $n$  est compris entre 1 et 6 [48].

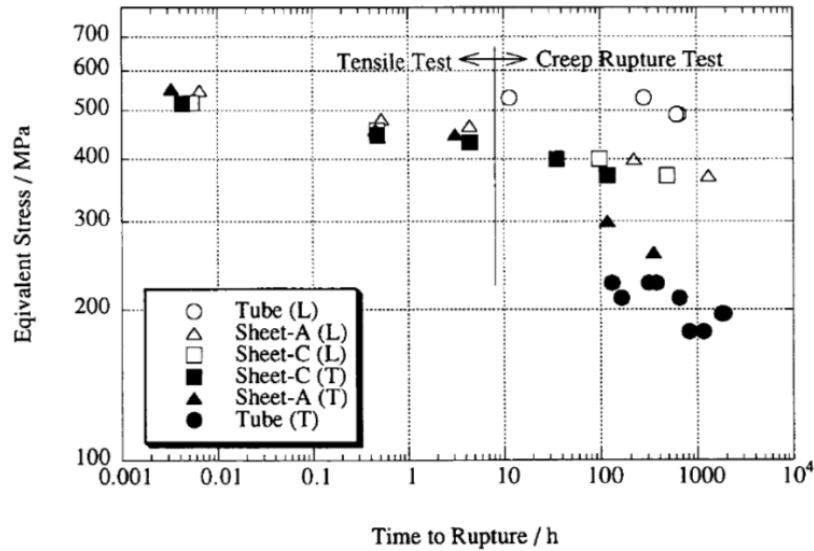
Lorsque les exposants de contrainte sont élevés et que les énergies d'activation sont très éloignées de l'énergie d'autodiffusion de l'élément de base (le fer pour les aciers), le modèle de Norton, classiquement utilisé en fluage, ne permet plus d'expliquer les mécanismes. La notion de contrainte seuil est alors introduite. Il s'agit d'une contrainte en dessous de laquelle le matériau ne flue pas, comme l'illustre la Figure 76 dans le cas de l'ajout de renforts dans un alliage à base Ni-20Cr. Le lien entre l'exposant de contrainte apparent et l'exposant de contrainte qui prend en compte la contrainte seuil s'écrit :

$$n_{eff} = \frac{n\sigma}{\sigma - \sigma_{seuil}} \text{ équation IV.6 [50]}$$



**Figure 76** : Données de fluage sur un ODS base Ni conduisant à la définition d'une contrainte seuil [224].

Enfin, Okada et ses collaborateurs ont étudié l'anisotropie en fluage. Comme illustré sur la Figure 77, ils montrent que les essais sur éprouvettes prélevées en sens long du tube (suivant la direction de la fibre  $\langle 110 \rangle$ ), pour un temps de rupture similaire, nécessitent une contrainte beaucoup plus élevée que pour les mêmes essais effectués sur des éprouvettes en sens transverse [36].



**Figure 77** : Résultats de traction et de fluage d'aciers ferritiques 13% de Cr ODS testés à 650°C [36]. Le sens long est schématisé par des ronds creux alors que le sens transverse est schématisé par des ronds pleins.

Dans la plupart des métaux, le temps à rupture  $t_r$  est relié à la vitesse de fluage secondaire  $\dot{\epsilon}$  par la loi de Monkman-Grant [225]. La relation s'exprime sous la forme :

$$\dot{\epsilon}^q \times t_r = C \text{ équation IV.7}$$

Avec  $q$  une constante généralement proche de 1.

En 1976, Dobes et Milicka apportent une modification au modèle en introduisant le terme de déformation à rupture  $\epsilon_f$  dans la loi de Monkman-Grant [226]. La relation de Monkman-Grant modifiée devient :

$$\frac{\dot{\epsilon}^q \times t_r}{\epsilon_f} = C \text{ équation IV.8}$$

On peut retrouver cette nouvelle formulation dans le cadre de plusieurs études de fluage d'alliages, qu'ils soient renforcés ou non [227, 228, 229, 230].

Parmi les méthodes permettant de prédire, on retrouve la méthode proposée par Larson et Miller, plus connu sous paramètre de Larson-Miller (LMP) [48]. Le diagramme de Larson-Miller est utilisé afin d'estimer le temps à rupture à partir de la contrainte appliquée et de la température de l'essai. Il consiste en une représentation du logarithme de la contrainte appliquée en fonction du paramètre de Larson-Miller. Le paramètre est défini par :

$$LMP = T \times [C + \log(t_r)]$$

Avec  $T$  la température en kelvin,  $C$  une constante matériau et  $t_r$  le temps à rupture. Cette méthode permet de tracer une courbe maîtresse à partir d'essais menés à différentes contraintes et à différentes températures.

### 1.3. Rupture et faciès associés

La rupture d'un matériau peut se manifester de façon fragile (cas des céramiques ou des aciers à très faibles températures) ou de façon ductile (acier et métaux). Le mode de rupture ductile provient d'une zone dans laquelle le taux de déformation plastique est élevé, zone communément appelée

striction. Ces mécanismes de rupture sont gouvernés par la sensibilité de la vitesse de déformation et par la géométrie de l'échantillon. A une échelle plus fine, les mécanismes d'endommagement se manifestent soit par des zones de clivage, généralement observés sur le faciès de rupture des matériaux à caractère fragile, soit par des cavités, des bandes de cisaillement ou encore de l'endommagement intergranulaire, observé sur les métaux et aciers selon la température.

Les faciès de rupture par traction d'une nuance Fe-14%Cr-3%W-0,4%Ti-0,25%Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, filée à 850°C et composée de nano-grains équiaxes, ont été observés par Kim et al. [231]. La plage de température des essais de traction se situe entre l'ambiante et 1000°C. Pour des températures inférieures à 500°C, ils observent un caractère de rupture mixte avec la présence de facettes de clivage et de zones à cupules. Les cavités se créent au niveau des particules et des joints de grain triples. Par la suite, ces cavités grossissent puis coalescent donnant lieu à ces cupules observées sur les faciès de rupture. Ce mode de rupture quasi-fragile a également été observé sur des aciers ODS 12%Cr élaborés par compaction isostatique à chaud [217]. Au contraire, Ratti [45] observe à température ambiante un délaminage le long des grains allongés dans la direction de filage sur un acier ODS ferritique filé. A plus haute température (600°C), Kim souligne que le mode de rupture devient totalement ductile du fait de la formation de cupules profondes [231]. Enfin, pour des températures supérieures à 800°C, le mode de rupture repasse à un mode quasi-fragile. Ce nouveau mode de rupture est principalement dû à une décohésion des joints de grain [232]. Byun et al. [233] confirment le comportement ductile des aciers ODS de par la présence de cupules à 500°C et 700°C.

Le faciès de rupture de fluage à 330 MPa et 650°C d'un acier ODS Fe-14%Cr filé, observé au MEB par Steckmeyer [50], montre la présence de deux zones distinctes (Figure 78). La zone A, plane et perpendiculaire à l'axe de sollicitation, correspond à une rupture de type intergranulaire liée à l'endommagement durant l'essai de fluage. Cela est confirmé par Gentzbittel [234] et Praud [37] qui, à fort grandissement, observent une décohésion intergranulaire au niveau du faciès de rupture après fluage. La zone B est caractéristique d'une rupture transgranulaire indiquant une rupture finale brusque. Ces deux zones distinctes ont également été observées par Ratti sur un acier ODS Fe-18%Cr [45].



**Figure 78** : Observation au MEB du faciès de rupture d'une éprouvette de 14%Cr rompue en fluage à 650°C après 27380 h sous une contrainte de 330 MPa [50].

Praud a réalisé l'observation de faciès de rupture de fluage à 650°C d'aciers ferritiques ODS consolidés par compaction isostatique à chaud [37]. Que ce soit à fortes ou à faibles contraintes

imposées, elle observe des faciès de rupture accidentés, présentant de nombreuses marches. De nombreux débris ainsi que des ligaments, synonymes de décohésion, ont également été observés. A fort grandissement, la présence de cupules relativement bien dessinées signale une rupture de caractère ductile [37].

**Suite à cette étude bibliographique, les résultats mécaniques, obtenus sur l'ensemble des nuances modèles, sont présentés avec dans un premier temps les mesures de dureté, suivi des essais de traction et de fluage effectués. Enfin, un point sur l'endommagement est fait.**

## **2. Caractérisations mécaniques**

Cette partie présente les résultats des caractérisations mécaniques réalisées sur les nuances de notre étude. L'objectif de ces essais de traction et de fluage est d'évaluer l'influence des différents paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques.

### **2.1. Dureté des nuances modèles**

Des mesures de micro-dureté Vickers ont été réalisées au laboratoire LA2M sous un chargement de 1 kg. Elles permettent notamment d'avoir un ordre d'idée de la valeur de la limite d'élasticité ( $Rp_{0,2\%}$ ) des différentes nuances modèles. L'estimation des valeurs de limite d'élasticité (données à titre indicatif dans le Tableau 16 pour les différentes nuances) s'effectue à l'aide de la relation  $HV_1 = \frac{1}{3} Rp_{0,2\%}$  [235].

Les profils, représentés en Figure 79, permettent de mettre en évidence une variation de la dureté entre les différentes nuances modèles. Au contraire, les hétérogénéités chimiques, observées précédemment par microsonde de Castaing, ne ressortent pas au niveau des profils de dureté. Cela est dû au fait que l'empreinte de micro-dureté (entre 55  $\mu m$  et 103  $\mu m$  selon les nuances) est plus importante que la taille moyenne des grains (cf. Tableau 8, chapitre III). Il aurait été intéressant de réaliser des mesures de dureté avec des chargements plus faibles, toutefois l'empreinte devenant plus petite, les incertitudes de mesures deviennent plus importantes.

Comme l'illustrent les données du Tableau 16, plus la nuance est renforcée plus la dureté est élevée (296  $HV_1$  pour la nuance à faible taux de renforts contre 535  $HV_1$  pour la nuance fortement renforcée). En outre, on remarque une chute de la dureté lorsque la taille des nano-renforts augmente. La nuance Std présente ainsi une dureté moyenne plus élevée (384  $HV_1$ ) que la nuance à gros précipités (306  $HV_1$ ). Cet effet de la taille des particules est également observé sur la nuance STi confirmant l'effet du Ti sur la précipitation. Un faible effet de la taille de grain sur les mesures de dureté est également observé. Cette faible différence est visible entre les nuances ODS ferritiques GP (gros précipités mais petits grains) et Rc (recristallisée, avec également des gros précipités). Enfin, la nuance NR présente une dureté similaire à celle d'un acier ferritique classique [236].

En comparant la dureté de la nuance Std avec celle de la nuance Std-F, une différence de 26  $HV_1$  est observée. Cette différence de dureté pourrait être liée à la différence de la taille et de la morphologie des grains. Il est possible que la texture cristallographique prononcée de la nuance Std-F joue aussi un rôle sur cette différence.

	NR	FaR	STi	Std	GP	Rc	FoR	Std-F
<b>Dureté (HV<sub>1</sub>)</b>	172	296	343	384	306	296	535	410
<b>Ecart type</b>	5	5	13	5	11	9	21	19
<b>Rp<sub>0,2%</sub> indicatif (MPa)</b>	516	888	1029	1152	918	888	1605	1230

Tableau 16 : Tableau récapitulatif des mesures de dureté et estimation de la valeur de la limite d'élasticité.

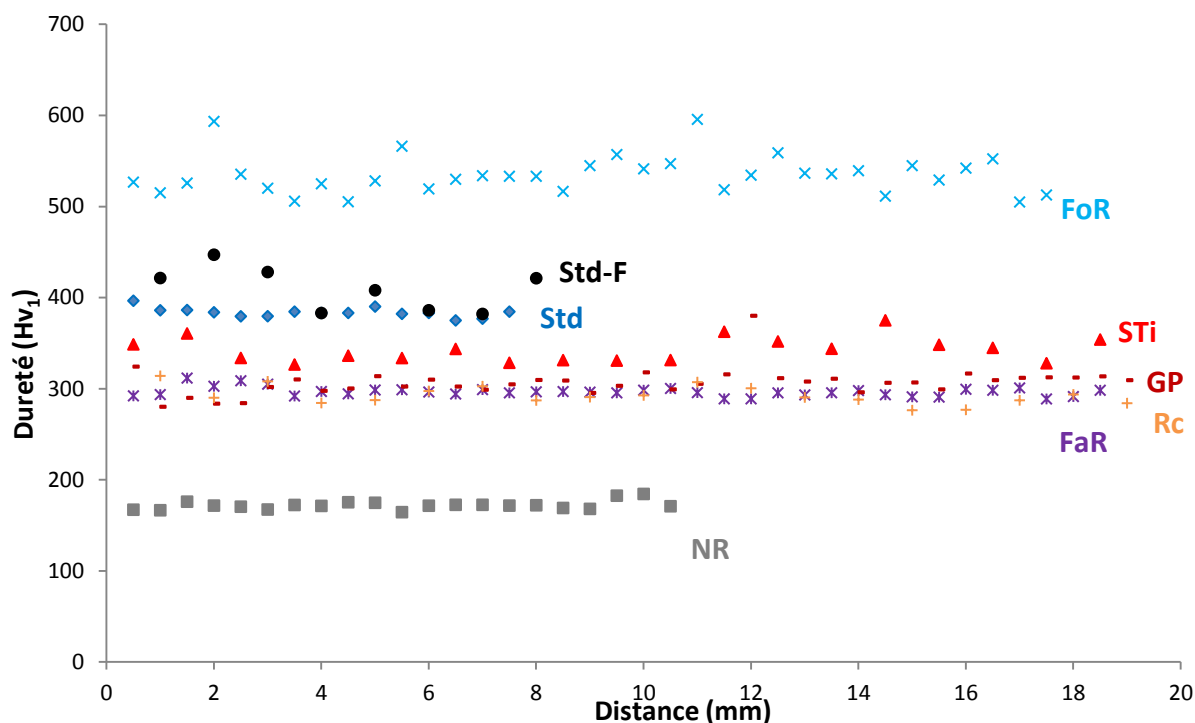


Figure 79 : Profils de micro-dureté Vickers des nuances modèles obtenus sous une charge de 1 kg.

## 2.2. Comportement en traction des nuances de l'étude

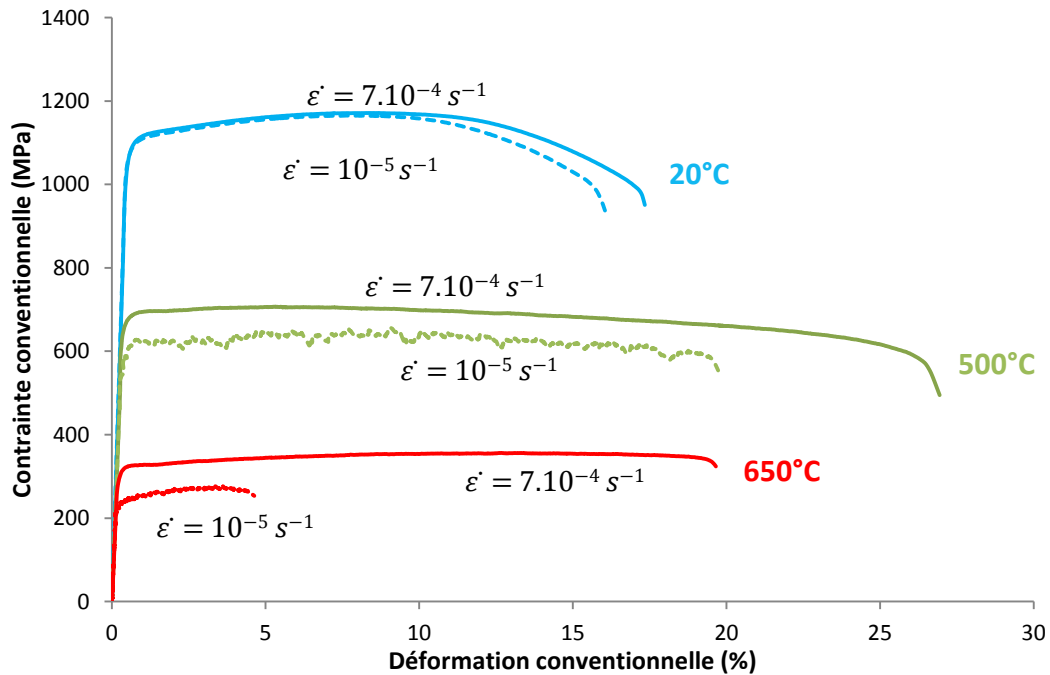
Les essais de traction ont été réalisés sur une plage de température allant de l'ambiante à 800°C avec des vitesses de sollicitation de  $7.10^{-4} s^{-1}$  et  $1.10^{-5} s^{-1}$ . Ils permettent de voir l'influence des différents paramètres microstructuraux (taille de précipitation, densité de nanoparticules, taille de grain, ...) sur le comportement en traction des matériaux étudiés. Les éprouvettes de traction utilisées correspondent à de petites éprouvettes plates dont la partie utile fait 6 mm de longueur, 1,5 mm de largeur et 0,75 mm d'épaisseur (Figure 24, Chapitre II). Ces essais de traction ont permis de déterminer des valeurs caractéristiques telles que celle de la limite d'élasticité, de la résistance maximale ou encore de l'allongement total.

Des essais avec sauts de vitesse ont également été réalisés afin de déterminer la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation.

### 2.2.1. Influence de la vitesse de sollicitation

L'impact de la vitesse de sollicitation sur les propriétés mécaniques a été évalué sur tous les matériaux à l'aide des essais réalisés à deux vitesses de déformation monotone.

La Figure 80 illustre l'évolution du comportement en traction du matériau Std avec la vitesse de sollicitation pour trois températures, les mêmes observations ont été faites sur les autres nuances. On remarque qu'à température ambiante, il n'y a que peu de différence entre les courbes obtenues pour ces deux vitesses de sollicitation. Au contraire, on observe un effet notable de la vitesse de sollicitation à 500°C et 650°C. La valeur de la limite d'élasticité et celle de l'allongement total diminuent lorsque la vitesse de sollicitation diminue. Cela pourrait correspondre à un changement de mécanisme de déformation. En outre, comme illustré par la forte diminution de l'allongement total, des mécanismes d'endommagement sévères semblent présents durant l'essai à vitesse lente à 650°C.



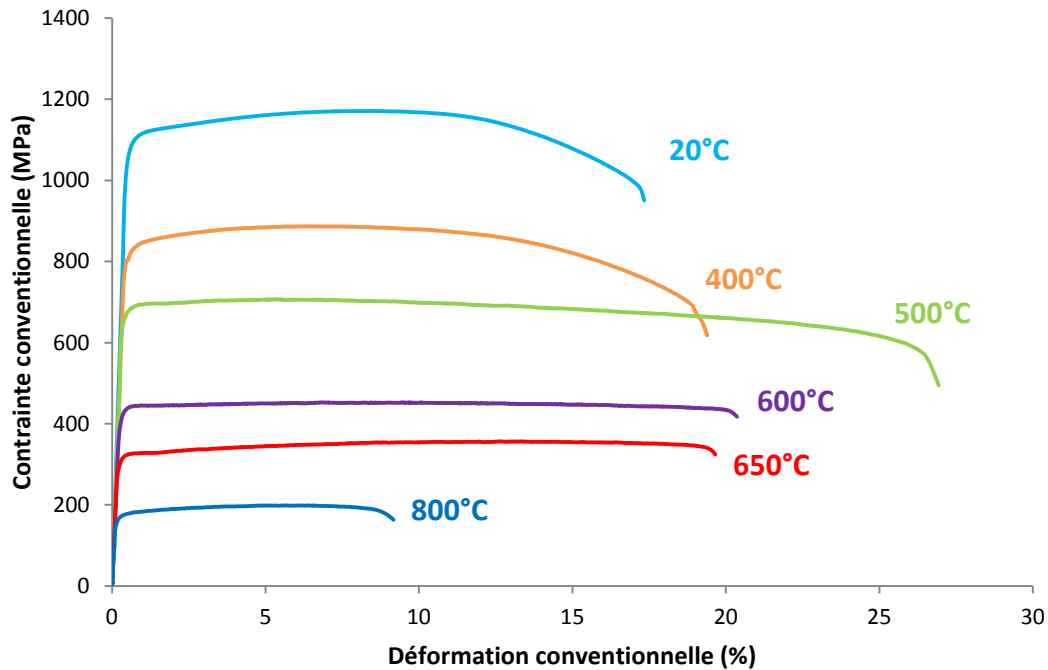
**Figure 80** : Courbes de traction en données conventionnelles illustrant l'influence de la vitesse de sollicitation sur l'acier ODS ferritique Std. Les courbes de traction à  $7.10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et les courbes à  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  sont respectivement tracées en trait plein et en pointillés.

### 2.2.2. Influence de la température

Comme nous avons pu le constater précédemment, la vitesse de sollicitation influe sur le comportement en traction. Cependant, un changement du comportement avec la température peut également être noté. Afin de cerner plus précisément l'influence de la température, des essais de traction ont été réalisés sur une large plage de températures (de l'ambiante à 800°C) à une vitesse de sollicitation monotone ( $7.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ). La Figure 81 correspond aux courbes de traction obtenues sur la nuance Std.

Une diminution de la valeur de la limite d'élasticité avec la température d'essai est observée. La valeur de la limite d'élasticité passe de 1094 MPa, à température ambiante, à 173 MPa pour une température d'essai de 800°C. En outre, le phénomène de consolidation, observé à température ambiante, semble s'atténuer lorsque la température d'essai augmente. Enfin, on constate un allongement important à 500°C qui diminue au-delà de cette température. Ces tendances se retrouvent sur les autres nuances.

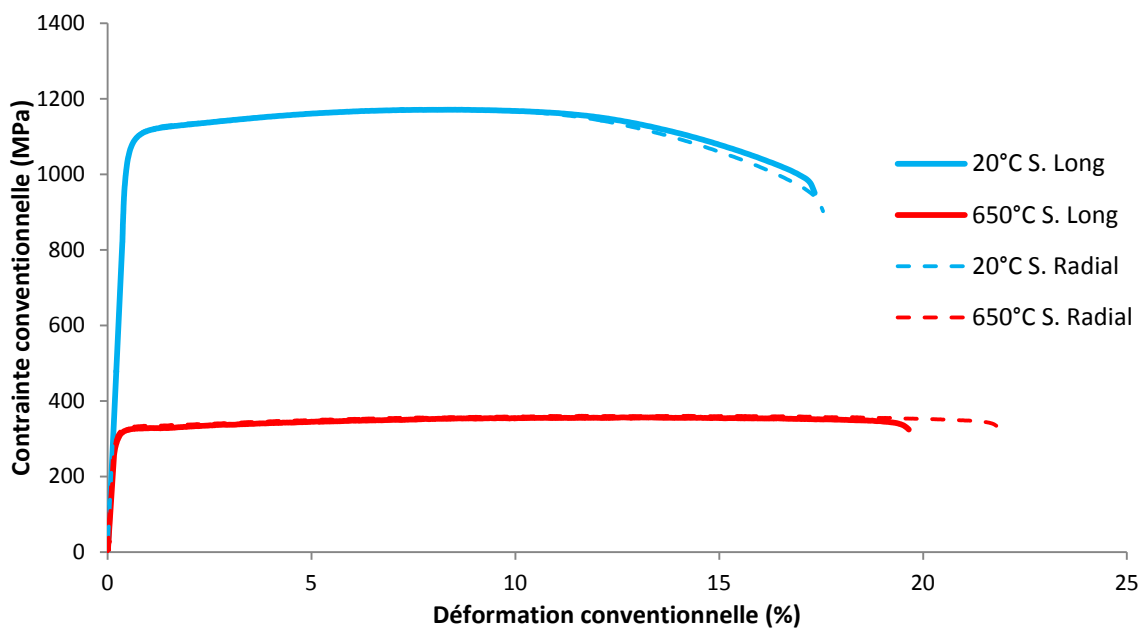




**Figure 81** : Courbes de traction en données conventionnelles pour la nuance Std pour différentes températures d'essai. Les essais de traction ont été réalisés avec une vitesse de sollicitation de  $7.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

### 2.2.3. Influence du sens de prélèvement

L'effet de la direction de sollicitation pour deux températures d'essai (20°C et 650°C) a également été étudié en prélevant des éprouvettes dans le sens axial et radial du lopin. La Figure 82 met en évidence un comportement similaire entre l'éprouvette prélevée dans le sens axial (ligne pleine) et celle prélevée dans le sens radial (ligne pointillée), et ce pour les deux températures d'essai. Une légère différence de ductilité à 650°C entre les deux sens de sollicitation est tout de même constatée. Cette similitude du comportement est attendue pour un matériau consolidé par CIC qui ne présente pas de texture cristallographique ou morphologique marquée (Figure 55 et Figure 57, Chapitre III).



**Figure 82** : Influence du sens de sollicitation de l'acier modèle ODS Std à 20°C et à 650°C.

#### 2.2.4. Influence du mode de consolidation

L'effet du mode de consolidation a été étudié en comparant les courbes de traction (Figure 83) d'une nuance ODS ferritique élaborée par compaction isostatique à chaud (Std) avec celles obtenues sur la nuance ODS ferritique extrudée à chaud (Std-F) testée dans le sens axial. Les deux nuances ODS ferritiques ont été élaborées à partir des mêmes poudres broyées et testées dans le sens axial (sens du filage pour la nuance Std-F). On observe des valeurs de limite d'élasticité et de résistance maximale supérieures pour la nuance extrudée sur toute la gamme de températures d'essai. En revanche, l'allongement total de la nuance CIC devient plus important aux hautes températures. En outre, la déformation de l'acier Std-F semble se localiser immédiatement après le domaine élastique alors que l'acier Std présente un léger domaine d'écrouissage.

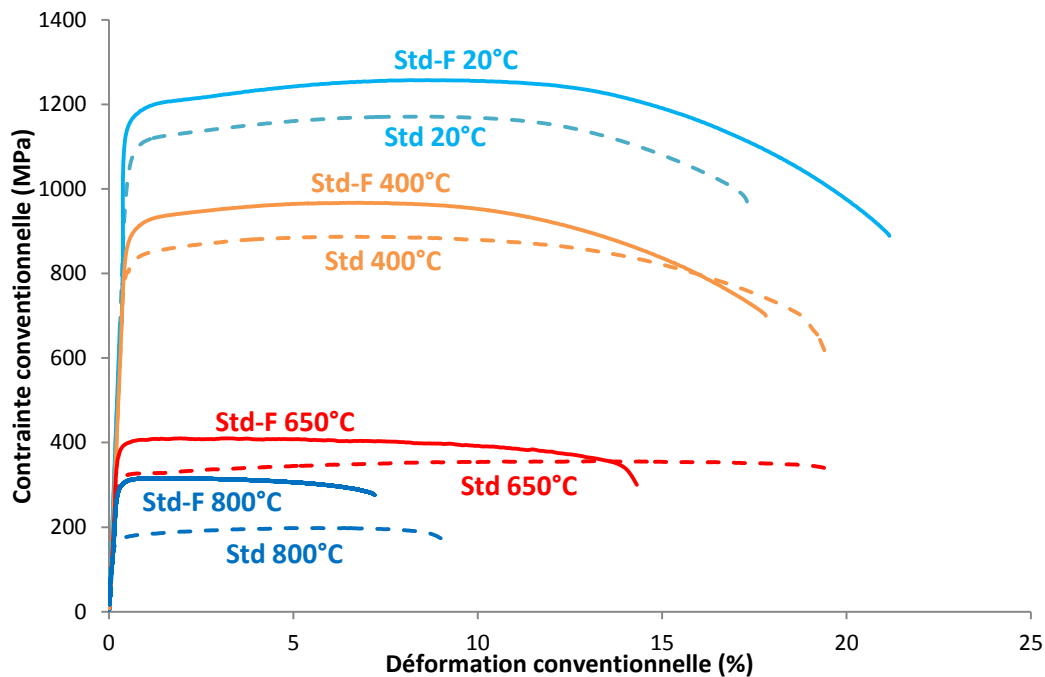
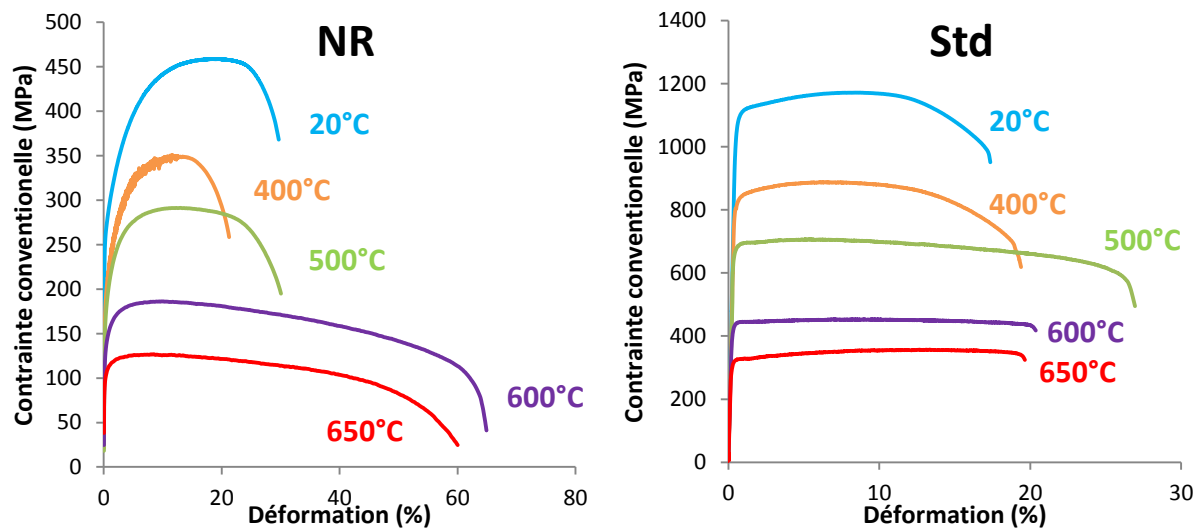


Figure 83 : Influence du mode de consolidation pour une nuance ODS ferritique testée sur une large gamme de températures avec une vitesse de sollicitation de  $7.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

#### 2.2.5. Influence des nano-renforts

L'effet des nano-renforts a également été étudié à partir des courbes de traction des nuances NR et Std. la nuance NR étant composée de martensite (Figure 50), un recuit d'une heure à 700°C a été effectué sur les éprouvettes de traction dans le but de détensionner la martensite.

Dans un premier temps, une différence est notée au niveau de l'allure des courbes de traction. En effet, la nuance NR présente un fort écrouissage jusqu'à 500°C ce qui n'est pas le cas de la nuance Std. Lorsque l'on compare les propriétés en traction des deux nuances, on observe une importante diminution de la valeur de la limite d'élasticité et de la résistance maximale en l'absence de renforts et ce quelle que soit la température. A l'inverse, l'allongement total augmente en l'absence de nanoparticules. Enfin, on peut noter la présence de serrations, caractéristique d'un phénomène de Portevin-Le Chatelier, sur la courbe de traction à 400°C sur la nuance NR (Figure 84). Nous verrons dans le chapitre suivant que cela traduit l'existence d'un domaine de vieillissement dynamique. Toutefois, ce phénomène ne semble pas se manifester sur la nuance Std sûrement du fait d'un épinglage des dislocations sur les précipités.



**Figure 84** : Comparaison de l'évolution des courbes de traction avec la température entre une nuance dépourvue de renforts (NR) et une nuance ODS (Std).

### 2.2.6. Bilan des essais de traction pour l'ensemble des nuances

Les valeurs de la limite d'élasticité,  $R_{p0,2\%}$ , de la résistance maximale,  $R_m$  et de l'allongement total,  $A\%$ , de chacune des nuances ont été mesurées à différentes températures (entre l'ambiante et 800°C) et pour deux vitesses de sollicitation ( $7.10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $1.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ). Les courbes représentées en Figure 85 et en annexe 5 correspondent aux données obtenues pour une vitesse de sollicitation de  $7.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . L'évolution de la valeur de la limite d'élasticité avec la température, obtenue pour des essais de traction réalisés avec une vitesse de sollicitation de  $1.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , est la même que décrite par la suite à  $7.10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (annexe 6).

On remarque que la valeur de la limite d'élasticité obtenue en traction à température ambiante pour chacune des nuances ODS modèles est proche de celle déterminée précédemment avec les mesures de dureté (Tableau 16). A l'inverse la valeur de limite d'élasticité de la nuance NR estimée dans le Tableau 16 est supérieure à celle obtenue à partir des essais de traction.

De manière générale, l'allure des courbes est identique pour chacune des nuances modèles, avec une chute modérée jusqu'à 400°C suivie d'une chute plus brutale au-delà. Cela pourrait laisser penser que les mécanismes de déformation sont similaires d'une nuance à l'autre : mécanismes de déformation athermiques entre 20 et 400°C et mécanismes thermiquement activés entre 400 et 800°C. En outre, on note que, pour toutes les températures d'essais, la hiérarchie est respectée : la valeur de la limite d'élasticité est plus élevée lorsque l'on augmente le taux de renforts et lorsque l'on diminue la taille des nanoparticules.

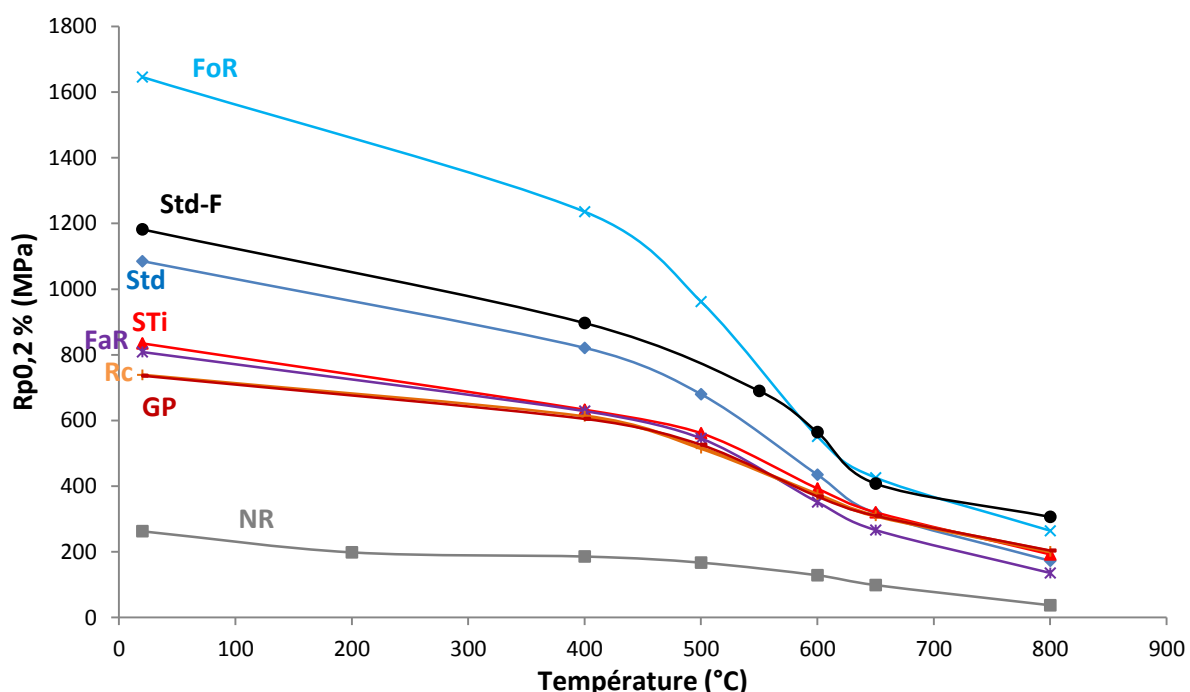
A basse température, on remarque que la fraction volumique de précipités joue un rôle prépondérant. En effet, par rapport à la nuance ODS standard (Std), la valeur de la limite d'élasticité de la nuance fortement renforcée (FoR) est plus élevée de 500 MPa. Cet effet perdure aux hautes températures, mais dans une moindre mesure. Au-delà de 600°C, la nuance FoR est toujours au-dessus des autres, mais la nuance Std ne se distingue plus des nuances FaR et STi.

La comparaison de l'évolution de la valeur de  $R_{p0,2\%}$  de la nuance GP avec celle de la nuance Std met en évidence l'influence de la taille de précipitation à basse température. Cependant, on remarque que les propriétés mécaniques à haute température sont les mêmes pour les deux nuances. La taille de grain étant quasiment la même pour les deux nuances, cette similitude nous

laisse penser que l'effet de la précipitation est différent à haute température du fait de mécanismes thermiquement activés.

Pour des teneurs en ajout d'yttrium équivalentes, on constate que la valeur de la limite d'élasticité de la nuance sans titane (STi) à basse température est plus faible que celle de la nuance Std. Cette différence semble être liée à un effet de libre parcours moyen (distance inter-particules qui dépend de la fraction volumique et de la taille). En revanche, les valeurs de limite d'élasticité de ces deux nuances se superposent à haute température. Tout comme observé précédemment entre les nuances GP et Std, cette différence provient d'un effet de la précipitation différent à haute température.

Enfin, on ne note qu'une faible différence de propriétés mécaniques entre les nuances Rc et GP et ce quelle que soit la température. La nuance Rc présente une taille de grain légèrement plus grande pour une précipitation légèrement plus fine. Cela pourrait donc être dû à un faible effet de la taille de grain, en partie pallié par un faible effet lié à la différence de précipitation.

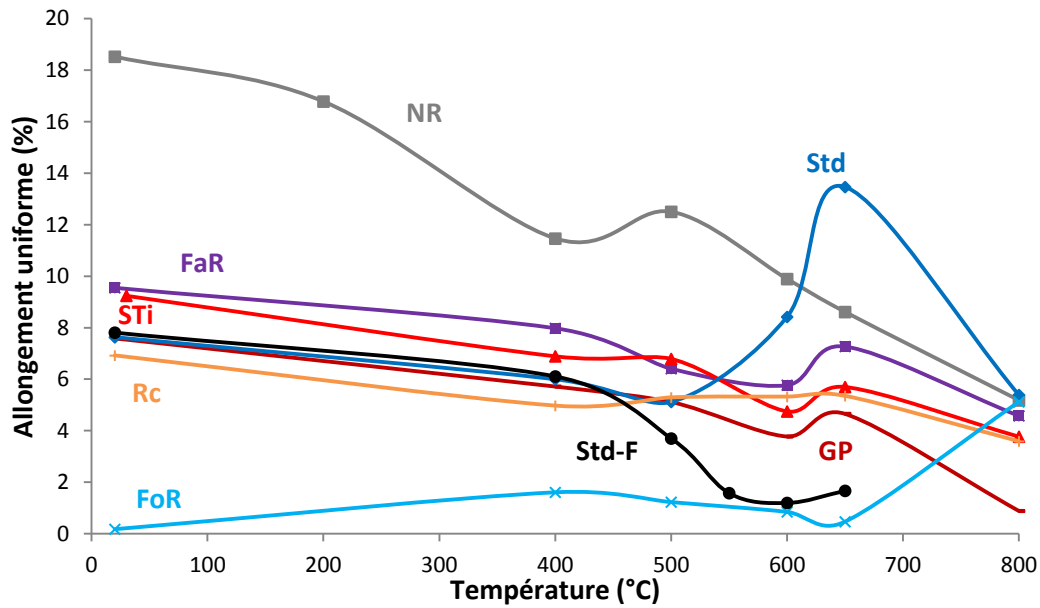


**Figure 85 :** Evolution de la valeur de la limite d'élasticité  $R_{p0,2\%}$  avec la température pour chacune des nuances sollicitées à une vitesse de  $7.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

Les conclusions de l'étude sur l'évolution de la valeur de la résistance maximale  $R_m$  avec la température, pour chacune des nuances, sont similaires à celles dressées pour l'évolution de la valeur de la limite d'élasticité  $R_{p0,2\%}$  (annexe 5).

L'ensemble des essais de traction en monotone a permis de tracer l'évolution de l'allongement uniforme  $A_g\%$  avec la température pour chacune des nuances de l'étude (Figure 86). Une diminution de l' $A_g\%$  est observée à basse température suivi d'un pic d'allongement plus ou moins intense selon la nuance, qui semble se manifester à  $650^\circ\text{C}$  excepté pour les nuances FoR et NR. Enfin, on peut noter qu'à température ambiante, la nuance FoR ne présente aucun allongement uniforme.

Or, l'évolution des valeurs de l'allongement uniforme avec la température dépend de l'écrouissage et de la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation  $S$ .

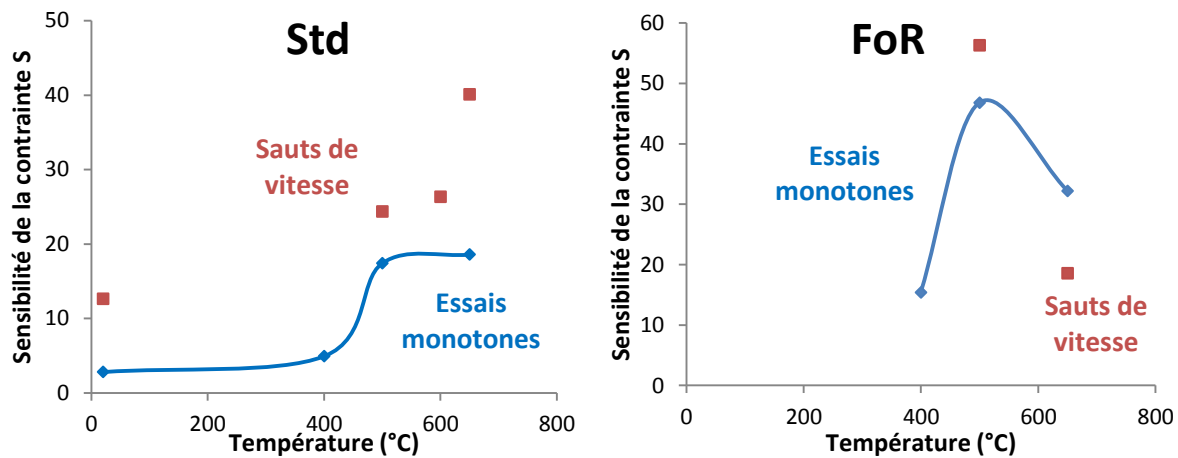


**Figure 86** : Evolution de la valeur de l'allongement uniforme  $A_g\%$  en fonction de la température pour une vitesse de sollicitation de  $7.10^{-4} s^{-1}$ .

La sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation  $S$  a été estimée à partir des essais de traction en montones. La grandeur  $S$  est définie par la variation de la valeur de la limite d'élasticité  $R_{p0,2\%}$  en fonction de la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  :

$$S = \frac{\Delta R_{p0,2\%}}{\Delta \ln \dot{\epsilon}}$$

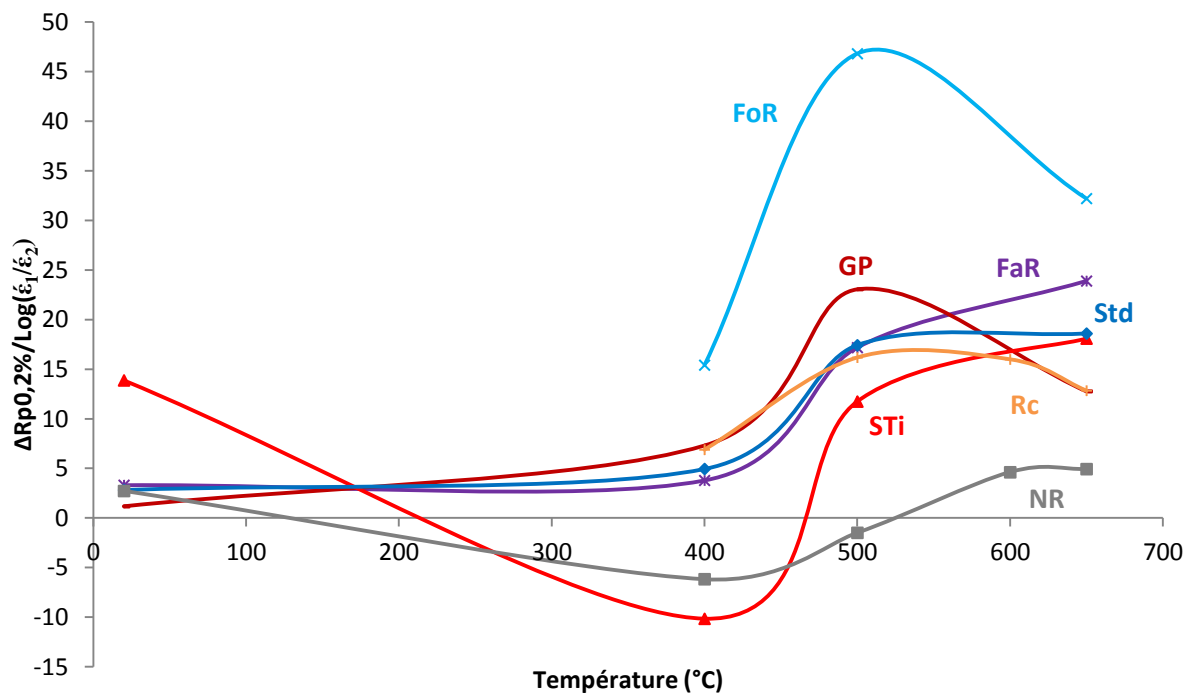
Des essais de traction avec sauts de vitesse ont également été réalisés sur certaines des nuances et sont en assez bon accord avec les données calculées à partir d'essais monotones (Figure 87). Dans ce cas, c'est la variation de contrainte lors du saut de vitesse qui sert à déterminer la sensibilité. Toutefois le peu d'essais de saut de vitesse sur la majorité des nuances ne nous permettent pas de tracer l'évolution de la sensibilité de la contrainte avec la vitesse de déformation en fonction de la température.



**Figure 87** : Comparaison de la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation  $S$  calculée à partir d'essais avec sauts de vitesses (rouge) et d'essais monotones (bleu) sur les nuances Std et FoR.

La Figure 88 illustre par contre l'évolution de la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation  $S$  avec la température pour les différentes nuances de l'étude, estimée par la variation de la valeur de limite d'élasticité en fonction de la vitesse de déformation. La sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation est voisine de zéro jusqu'à 400°C pour les nuances FaR, GP, Rc et Std. Cela suggère un caractère athermique de la déformation. Une sensibilité négative à 400°C pour les nuances STi et NR est même observée. Cette valeur négative pourrait être causée par du vieillissement dynamique et associée à la mobilité des solutés de carbone. Il serait intéressant de confirmer ces observations à 400°C à l'aide d'essais de traction avec des sauts de vitesse.

On remarque que la sensibilité est maximale à 500°C pour les nuances FoR, GP et Rc.  $S$  vaut plus de 45 MPa à cette température pour la nuance FoR, et 20 MPa et 15 MPa respectivement pour les nuances GP et Rc. La courbe de la sensibilité continue de monter jusqu'à 650°C pour les nuances NR, FaR et STi. Enfin, la nuance Std ne décroît que très légèrement à 650°C.



**Figure 88** : Evolution de la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation  $S$  en fonction de la température d'essai.

Enfin, les essais de traction ont permis de tracer les courbes d'écrouissage des différentes nuances de l'étude. La Figure 89 présente l'évolution du taux d'écrouissage en fonction de la contrainte rationnelle à température ambiante. Dans un premier temps, on remarque que, pour chacune des nuances de l'étude, le critère de Considère est respecté. Il peut également être noté que la nuance dépourvue de renforts et recuite pendant une heure à 700°C présente une pente décroissante classiquement observée et représentative d'un stade III de plasticité. A l'inverse, les nuances ferritiques renforcées par une dispersion d'oxydes possèdent un nouveau régime d'écrouissage précédant le stade III. Ce nouveau régime pourrait être lié à une transition élasto-plastique entre les grains nanométriques et les grains microniques. Après avoir atteint leur déformation élastique maximale, les gros grains commencent à s'écrouir alors que les petits grains gardent un comportement élastique. Ce phénomène est illustré par la différence d'écrouissage entre les nuances GP et Rc, et par la nuance FaR qui présente les taux de grains nanométriques et d'écrouissage les plus élevés.

La pente du stade III est quasiment la même pour les nuances NR et Std et pour les nuances FaR, GP et STi (Figure 90). Au contraire, la pente de la nuance traitée thermomécaniquement Rc est plus importante. Cette différence pourrait être liée à la faible densité de dislocations présentes au sein des nuances recuites, mais également à la différence de taille de grain. La valeur des ordonnées à l'origine des nuances ODS est comprise entre 4800 et 7500 MPa, à l'exception de la nuance Std dont l'ordonnée à l'origine est de l'ordre de 3800 MPa. En ce qui concerne la nuance NR, la valeur de l'ordonnée à l'origine mesurée est de l'ordre de 4000 MPa. Selon Kocks [79], la valeur de l'ordonnée à l'origine d'un écrouissage en stade III est de l'ordre de  $\frac{\mu}{20}$  avec  $\mu$  le module de cisaillement. Le module de cisaillement est égal à 84 GPa pour les aciers ODS et 78 GPa pour l'acier non renforcé. Cette différence est due à la variation du module d'Young E entre ces deux aciers (Tableau 4). A partir de l'équation proposée par Kocks, on obtient une valeur de l'ordonnée à l'origine égale à 4200 MPa pour les aciers ODS et égale à 3900 pour l'acier non renforcé. La valeur calculée pour la nuance NR est en assez bon accord avec celle mesurée à partir des courbes. A l'inverse, un écart important est noté entre les deux valeurs obtenues sur les aciers ODS. Il est probable que cela soit dû aux variations microstructurales des différentes nuances.

Du fait d'une rupture fragile à température ambiante, la nuance FoR ne présente aucun écrouissage.

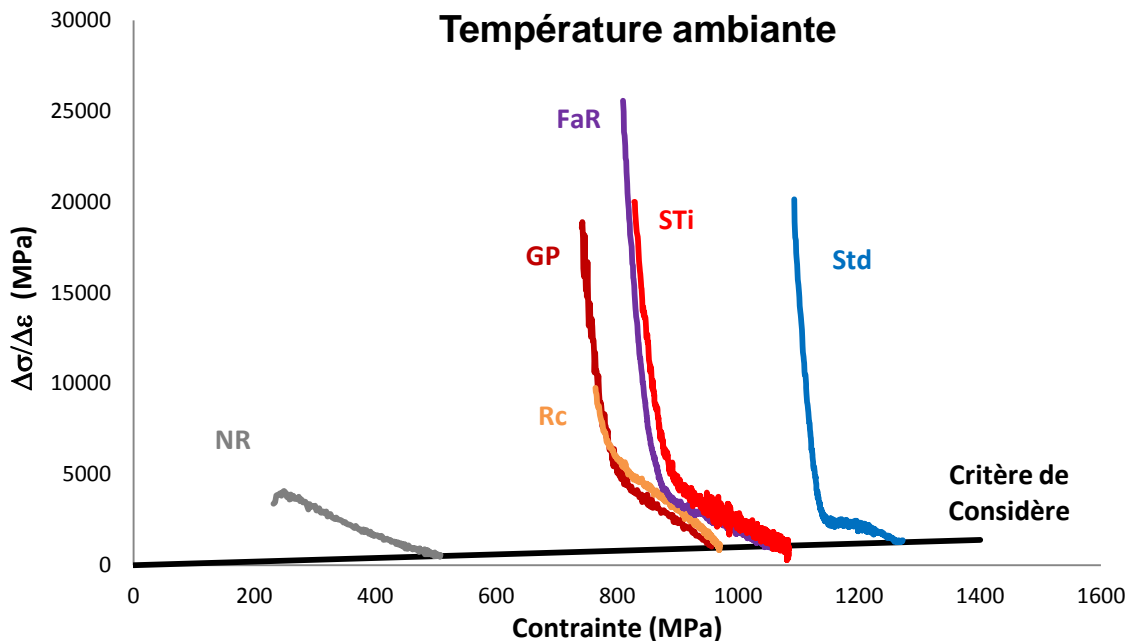


Figure 89 : Evolution de l'écrouissage des différentes nuances à température ambiante en fonction de la contrainte.

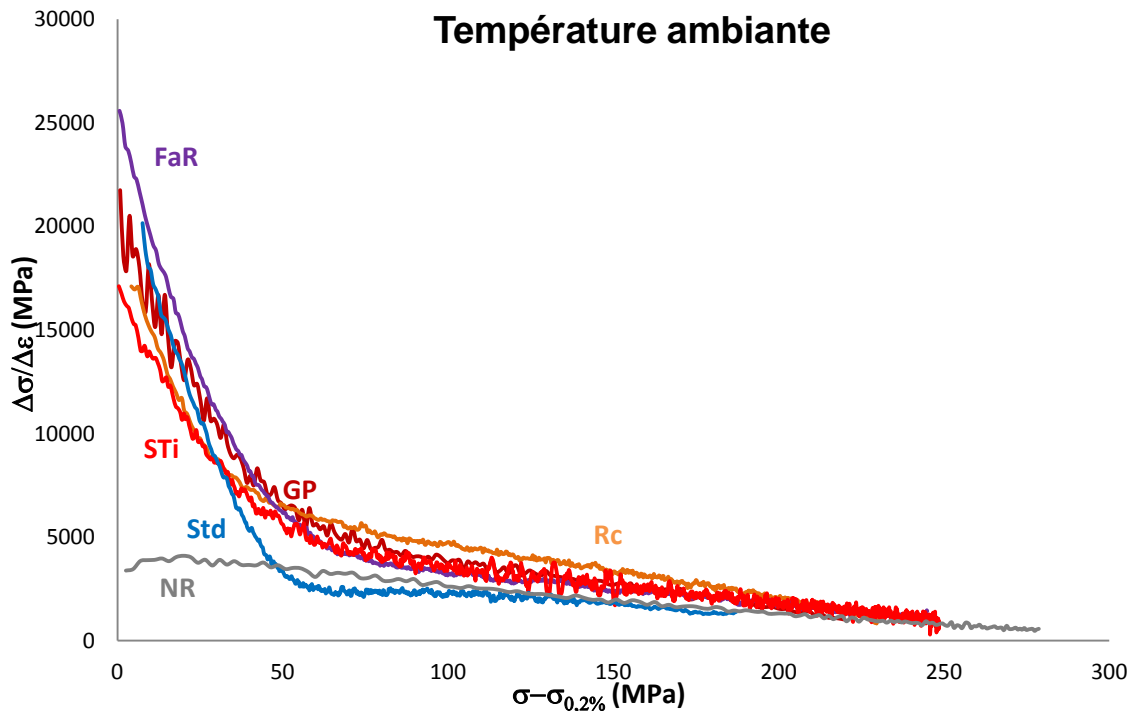


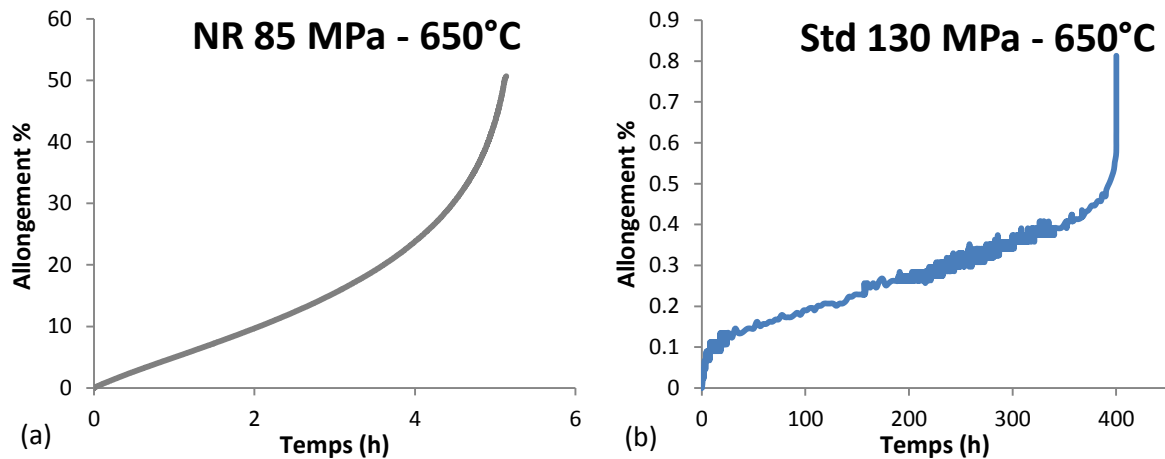
Figure 90 : Courbe d'érouissage des nuances de l'étude à température ambiante.

### 2.3. Comportement en fluage des nuances de l'étude

Une large campagne d'essais de fluage a été effectuée sur les différentes nuances ODS ferritiques de l'étude. Les essais ont été réalisés à deux températures, 650°C et 700°C et avec des contraintes correspondant à un certain pourcentage de la valeur de la limite d'élasticité déterminée pour une vitesse de sollicitation de  $7.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Les courbes par matériau ainsi que les données de fluage sont présentées en annexe 7. Selon la disponibilité matière, différentes éprouvettes cylindriques ont été utilisées pour ces essais de fluage sous air. Les plans d'éprouvettes sont présentés en annexe 1.

Comme attendu, l'acier ferritique dépourvu de renforts présente une faible tenue en fluage (Figure 91 (a)) confirmant la nécessité d'incorporer une dispersion d'oxydes nanométriques au sein de la matrice dans le but d'améliorer les propriétés en fluage. Cependant, ce gain en résistance mécanique, traduit par une diminution de la vitesse de fluage secondaire et par un temps à rupture plus élevé, s'accompagne d'une perte de ductilité avec des allongements proches des 1% (Figure 91 (b)) alors que sur la nuance non renforcée des allongements de plusieurs dizaines de pourcents sont obtenus. Enfin, un stade tertiaire se décrivant par une vive accélération est retrouvé pour l'acier ODS. A l'inverse le régime tertiaire de l'acier NR est bien marqué.

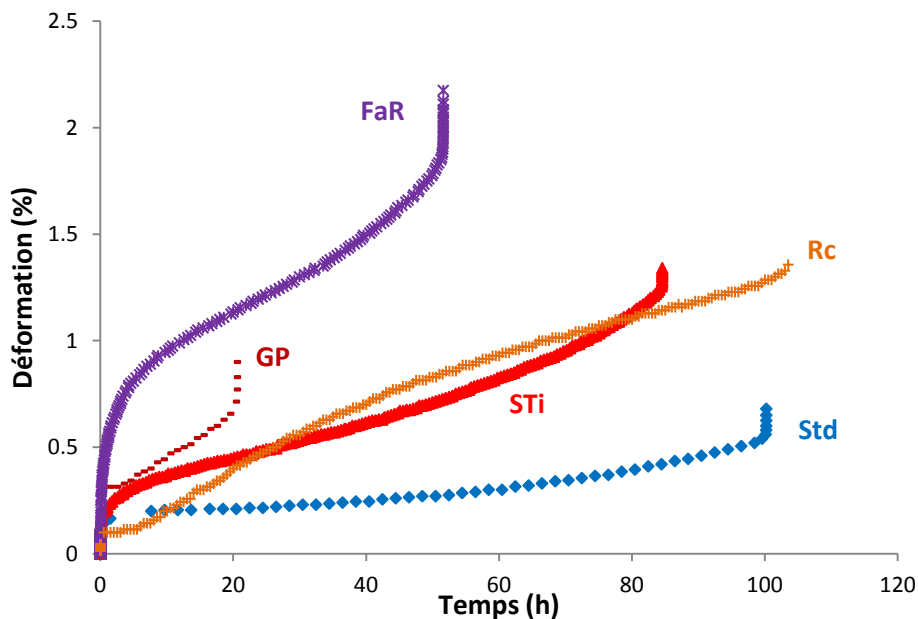




**Figure 91** : Courbe de fluage à 650°C de l'acier NR soumis à une contrainte de 85 MPa (a) et de l'acier Std sous un chargement de 130 MPa.

Pour différentes nuances ODS, des essais de fluage ont été réalisés à 650°C sous un chargement à contrainte équivalente (160 MPa). Comme l'illustre la Figure 92, on constate une diminution de la vitesse de fluage secondaire ainsi qu'une augmentation du temps à rupture lorsque l'on augmente la fraction volumique (nuances FaR et Std, mais valable aussi pour la nuance FoR : elle n'a pas été déformée à cette contrainte car pour 250 MPa, l'essai a duré presque 4000 heures). Cependant, ce gain au niveau des propriétés mécaniques en fluage s'accompagne d'une perte de ductilité.

En outre, lorsque l'on compare la courbe de fluage des nuances Std et GP (fraction volumique quasiment similaire), on note qu'une augmentation de la taille des nanoparticules conduit à une réduction du temps à rupture (un rapport de 3 sur la taille de nanoparticules pour un facteur de 5 sur le temps à rupture). En revanche, un effet bénéfique d'une augmentation de la taille de grain sur les propriétés en fluage semblerait exister. En effet, le temps à rupture obtenu pour la nuance Rc est proche de celui obtenu pour la nuance Std, malgré une vitesse de fluage secondaire plus élevée. En outre, une meilleure ductilité est observée pour la nuance Rc comparée à la nuance Std.

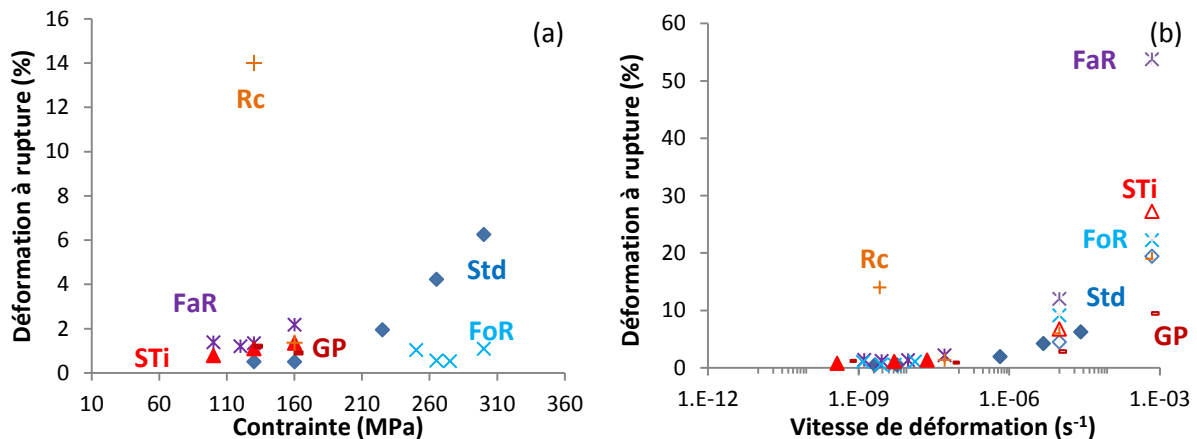


**Figure 92** : Superposition de courbes de fluage à 650°C pour une contrainte de 160 MPa.

### 2.3.1. Evolution de l'allongement à rupture

La Figure 93 (a) trace l'évolution de la déformation à rupture en fonction de la contrainte appliquée pour des essais réalisés à 650°C. On observe une tendance à l'augmentation légère de la ductilité des nuances FaR, STi et Std lorsque la contrainte appliquée augmente. Les déformations à rupture atteintes restent toutefois limitées. Au contraire, on peut noter une déformation à rupture sensiblement plus élevée de la nuance Rc à faible contrainte. Toutefois, d'autres essais seraient nécessaires pour confirmer cette évolution.

La Figure 93 (b) décrit l'évolution de la déformation à rupture en fonction de la vitesse de fluage secondaire des nuances ODS de l'étude, testées à 650°C. Les déformations à rupture des essais de traction, réalisés à 650°C avec des vitesses de sollicitation de  $7.10^{-4}$  et  $1.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , sont également reportées en Figure 93 (b) sous forme de symboles creux ou en pointillés. Sur la nuance Std, des essais de fluage ont conduit à des vitesses secondaires similaires aux vitesses de traction et il apparaît que les déformations à rupture obtenues sont similaires. On observe une tendance à ce que les faibles vitesses de fluage secondaire soient accompagnées d'une faible déformation à rupture. Cette faible ductilité en fluage est cohérente avec la diminution de l'allongement total avec la vitesse de déformation observée en traction. Cette tendance semble cohérente avec des mécanismes d'endommagement dépendant de la vitesse de déformation, et qui sont donc d'autant plus présents (relativement à la déformation totale) que la vitesse de fluage est faible. Dans la Figure 93, le matériau recristallisé semble constituer une exception avec un compromis plus favorable de propriétés pour les faibles contraintes.



**Figure 93 :** Evolution de la déformation à rupture en fonction de la contrainte appliquée (a) et de la vitesse de sollicitation (b) pour des essais mécaniques réalisés à 650°C. Les symboles pleins correspondent aux déformations à rupture en fluage alors que les symboles creux ou pointillés correspondent aux essais de traction.

### 2.3.2. Evolution du temps à rupture

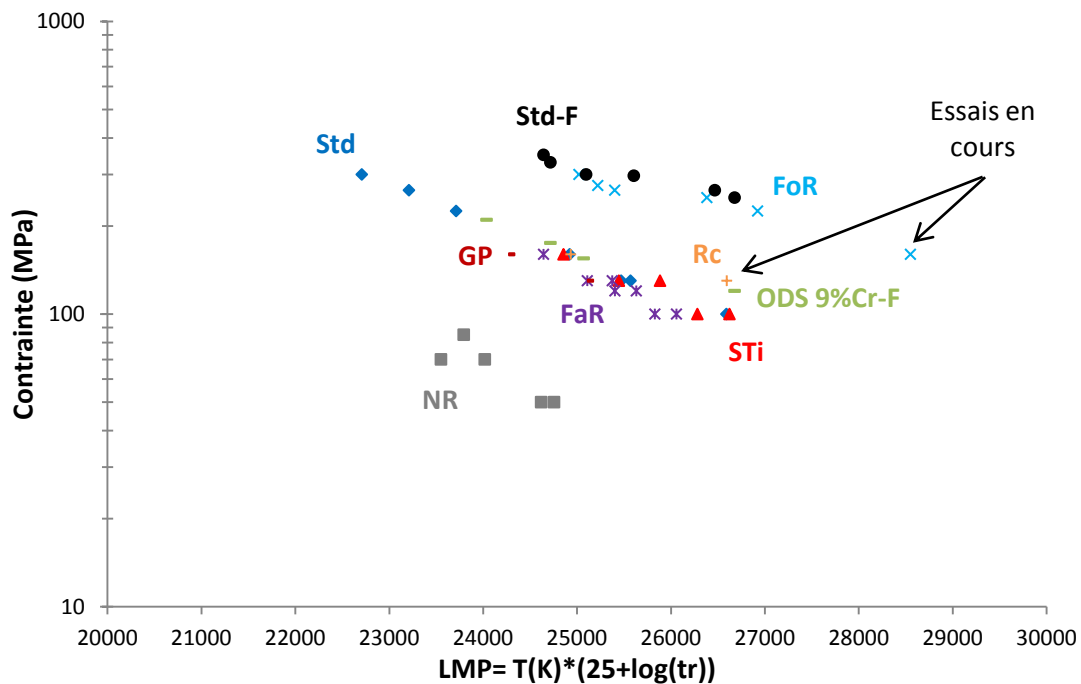
Il a été noté précédemment un effet de la précipitation sur le temps à rupture. Il est possible d'estimer le temps à rupture  $t_r$  à l'aide du paramètre de Larson-Miller (LMP) pour une contrainte donnée :

$$LMP = T \times [C + \log(t_r)]$$

Avec  $T$  la température en kelvin,  $C$  une constante généralement prise égale à 25 pour les aciers ODS [21, 28, 50, 237, 238] et  $t_r$  le temps à rupture. Lorsque l'on trace l'évolution de la contrainte en fonction du paramètre de Larson-Miller (LMP), on retrouve une hiérarchisation respectée avec le taux de renforts (Figure 94). Le paramètre de Larson-Miller des nuances FaR, GP, STi et Std est tout de même assez proche. Cette équivalence reprend l'analogie du comportement mécanique exhibée

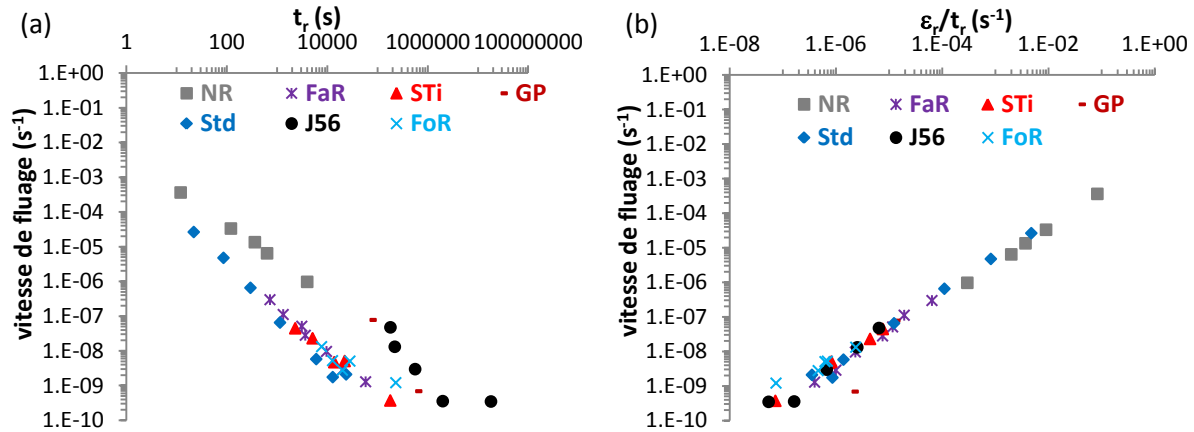
par ces différents matériaux en traction à 650°C. On peut également noter qu'à forte contrainte le paramètre de Larson-Miller de la nuance Rc est proche des autres nuances modèles, à l'exception des aciers FoR et NR. Toutefois lorsque la contrainte appliquée diminue, l'acier recristallisé présente une tendance à s'écarter du lot avec un LMP plus élevé, soit un temps à rupture plus long. Cette différence de comportement pourrait provenir de la différence de taille de grain qui résulte de la recristallisation du matériau Rc.

Un effet du mode de consolidation sur le paramètre de Larson-Miller a également été observé. En effet, la nuance ODS filée Std-F, testée en fluage dans la direction de filage, possède un LMP proche de la nuance FoR. Au contraire, le LMP de la nuance Std est proche d'une nuance 9% de Cr consolidée par filage à chaud [37].



**Figure 94** : Evolution de la contrainte en fonction du paramètre de Larson-Miller (dépendant de la température et du temps à rupture d'un essai de fluage).

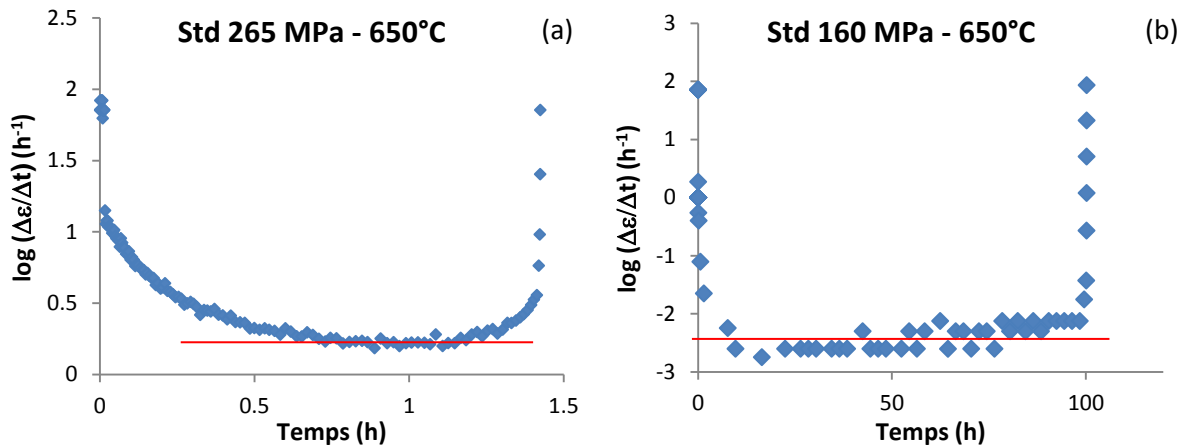
La Figure 95 (a) trace l'évolution des temps à rupture en minutes en fonction de la vitesse de fluage secondaire pour l'ensemble des données de fluage obtenues. Cette représentation est basée sur la loi empirique de Monkman-Grant (équation IV.7). Seule la nuance NR présente un exposant  $q$  égal à celui attendu pour la représentation de Monkman-Grant (soit un exposant égal à 1). A l'inverse, une dispersion de l'exposant  $q$  entre 0,44 et 0,75 est observée pour les nuances ODS. Au contraire, lorsque l'on applique la loi de Monkman-Grant modifiée définie en équation IV.8, on observe un regroupement des données avec un exposant  $q$  proche de 1 (Figure 95 (b)).



**Figure 95 :** Evolution de la vitesse de fluage secondaire en fonction du temps à rupture (a) et en fonction de la déformation à rupture divisée par le temps à rupture (b).

### 2.3.3. Vitesse de fluage et exposant de contrainte

Selon Steckmeyer, l'existence du régime secondaire sur la courbe de fluage d'un acier ODS est remise en question [50]. Les Figure 96 (a) et Figure 96 (b) présentent l'évolution de la vitesse de fluage de la nuance Std en fonction de la durée de l'essai à  $650^{\circ}C$  pour les deux cas extrêmes de contrainte appliquée. Que ce soit pour une forte ou pour une faible contrainte appliquée, on remarque une diminution de la vitesse de fluage correspondant au régime primaire, suivi de l'apparition d'un plateau, représentatif d'un régime stationnaire, et une accélération plus ou moins brusque de la vitesse en fin d'essai. Ce plateau est également observé sur les autres nuances modèles de l'étude.



**Figure 96 :** Evolution de la vitesse de fluage en fonction de la durée de l'essai de fluage à  $650^{\circ}C$ . Les contraintes appliquées sont 265 MPa (a) et 160 MPa (b).

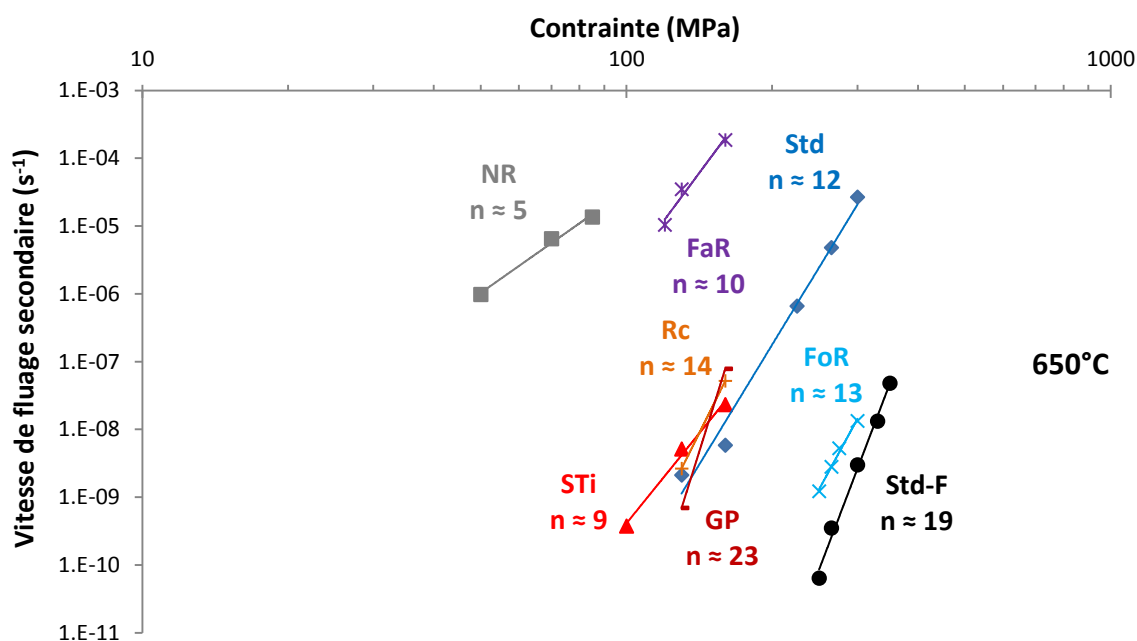
Lorsque l'on trace l'évolution de la vitesse de déformation minimale obtenue au cours des essais de fluage en fonction de la contrainte appliquée, il est possible d'estimer les exposants de Norton des nuances de l'étude.

Dans un premier temps, on note une différence entre l'exposant de contrainte des nuances Std et Std-F (testée dans la direction de filage). L'origine de cette distinction semble être la texture morphologique et cristallographique qu'exhibent les nuances filées, et l'augmentation de contrainte de fluage qui y est associée. On remarque également que pour les nuances FaR, Std, Rc et FoR, les exposants de contrainte  $n$  se situent autour de 12 (Figure 97). En ce qui concerne la nuance GP,

l'exposant de contrainte s'élève à 23, toutefois cette valeur est basée sur deux essais de fluage à 650°C. Cette équivalence se traduit par des mécanismes de déformation similaires. Au contraire, l'exposant de contrainte  $n$  de la nuance dépourvue de renforts est de 5. Cette valeur d'exposant de contrainte est traditionnellement observée sur les aciers conventionnels dépourvus de précipités non cisillables. Cette différence entre l'exposant de contrainte  $n$  d'un acier Fe-14%Cr et d'un acier ODS à base Fe-14%Cr confirme la présence d'une contrainte seuil ( $\sigma_s$ ). La contrainte seuil a été estimée pour une vitesse stationnaire extrapolée à  $10^{-14} \text{ s}^{-1}$ . Le Tableau 17 regroupe la valeur des contraintes seuils calculées pour chacune des nuances de l'étude. On semble observer une augmentation de la contrainte seuil lorsque le taux de renforts augmente. En outre, un important écart est noté si on compare la nuance Std avec la nuance Std-F. Il est possible que cette différence soit due à un effet de la texture morphologique et cristallographique qu'exhibe l'acier consolidé par filage ou à la différence de fraction volumique. Par contre, l'origine des fortes valeurs de contrainte seuil des nuances GP et Rc reste incomprise.

Lorsque l'on trace l'évolution de la vitesse de fluage secondaire en fonction de la contrainte appliquée soustraite à une contrainte seuil, on observe alors des exposants de contrainte effective  $n^{eff}$  dont la valeur se situe autour de 6 (Figure 98).

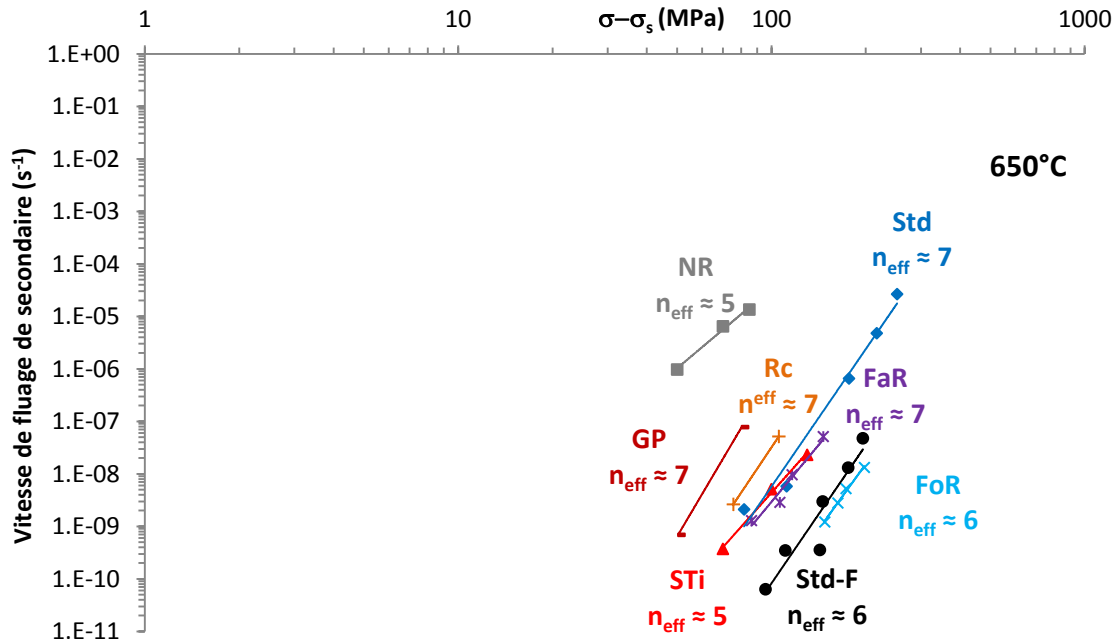
Enfin, comme souligné précédemment, la fraction volumique joue un rôle drastique sur la vitesse de fluage secondaire. Par exemple, la nuance FaR flue 32 000 fois plus vite que la nuance Std pour une contrainte de 160 MPa.



**Figure 97** : Evolution de la vitesse de fluage secondaire moyenne des différentes nuances de l'étude en fonction de la contrainte appliquée. Les paramètres  $n$  correspondent aux exposants de contrainte estimés à partir de l'équation I.1.

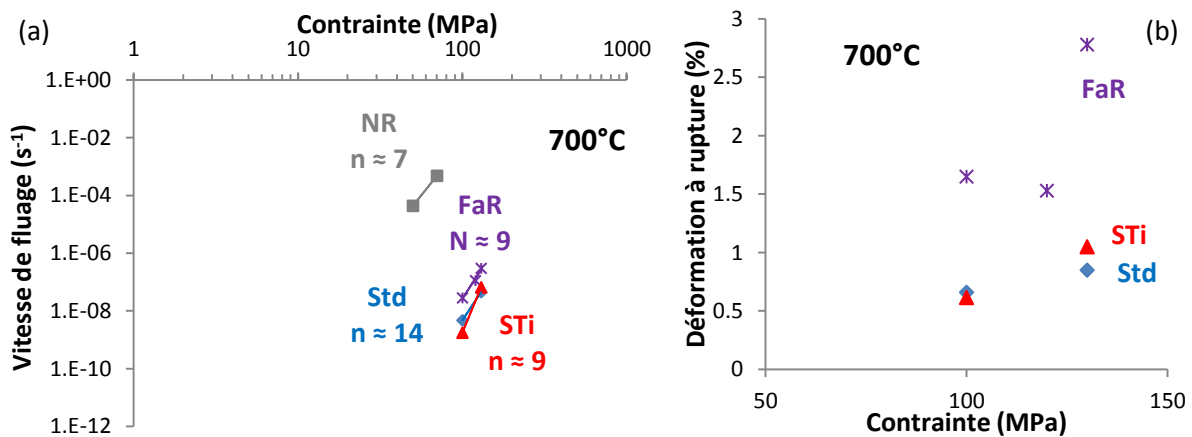
	FaR	STi	Std	GP	Rc	FoR	Std-F
Contrainte seuil à 650°C (MPa)	14	30	48	80	54	102	154

**Tableau 17** : Estimation de la contrainte seuil des différentes nuances ODS étudiées.



**Figure 98** : Evolution de la vitesse de fluage secondaire des différentes nuances de l'étude en fonction de la contrainte effective. Les paramètres  $n_{eff}$  correspondent aux exposants de contrainte recalculés.

Des essais de fluage à 700°C ont également été réalisés sur quatre des nuances de l'étude : la nuance NR, la nuance FaR, l'acier STi et la nuance Std. Toutefois, le nombre d'essais se limite à deux ou trois selon la nuance augmentant ainsi les incertitudes. Comparé aux essais de fluage effectués à 650°C, les tendances sont assez proches. En effet, on retrouve une diminution de l'allongement en rupture lors que la contrainte augmente. En outre, le même ordre de grandeur de valeurs pour les exposants de contrainte est observé pour les nuances ODS (Figure 99). A l'inverse la nuance NR exhibe un exposant de contrainte égal à 7 toutefois cette valeur est basée sur seulement deux essais.



**Figure 99** : Evolution de la vitesse de fluage secondaire (a) et de la déformation à rupture (b) en fonction de la contrainte.

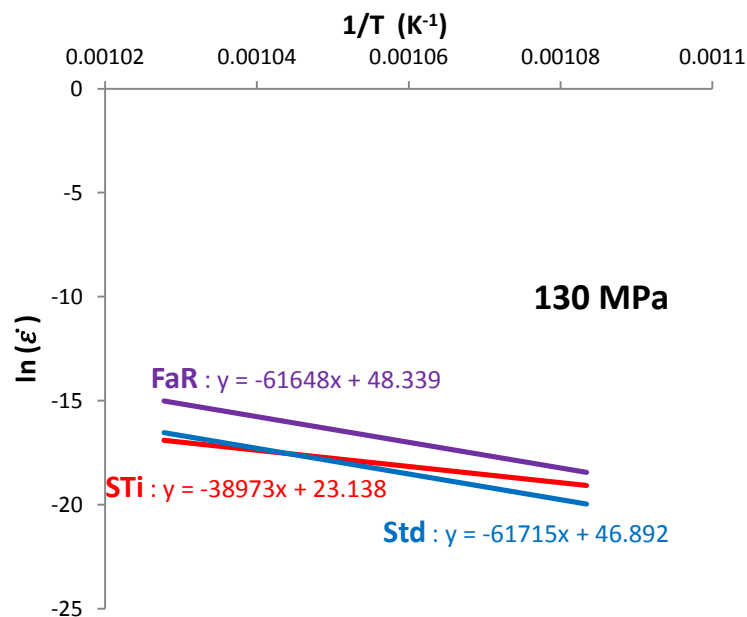
Enfin pour les contraintes seuil, des valeurs assez proches de celles estimées à 650°C sont obtenues : 18 MPa pour la nuance FaR, 22 MPa pour la nuance STi et 42 MPa pour l'acier Std.

En résumé, les mécanismes de déformation intervenant à 700°C sont les mêmes qu'à 650°C.

### 2.3.4. Energie d'activation

A partir des essais de fluage réalisés à 650°C et 700°C à contrainte constante, il est possible de tracer l'évolution de  $\ln(\dot{\epsilon})$  en fonction de  $1/T$ . La pente de la droite permet d'en déduire l'énergie d'activation associée. Les énergies d'activation estimées pour une contrainte constante de 130 MPa sont comprises entre 324 kJ/mole et 513 kJ/mole selon la nuance étudiée (Figure 100), soit une valeur supérieure à l'énergie d'autodiffusion du fer dans un alliage Fe-14Cr (226 kJ/mole) et à l'énergie de diffusion du Cr dans le fer (240 kJ/mole). L'énergie d'activation apparente du fluage n'est apparemment pas justifiée uniquement par de la diffusion en volume.

Malgré le peu de points constituant ces courbes (deux points), on peut noter une similitude entre l'énergie d'activation des nuances Std et FaR (Figure 100). La fraction volumique de précipités ainsi que la taille de grain ne semblent pas avoir d'effet notable sur l'énergie d'activation. A l'inverse une différence est observée entre les nuances Std (ou FaR) et STi.



**Figure 100 :** Evolution de  $\ln(\dot{\epsilon})$  en fonction de  $1/T$ . La valeur de la pente de la droite permet de déterminer l'énergie d'activation.

## 2.4. Endommagement des aciers ferritiques étudiés

D'après les résultats de traction et de fluage, l'évolution des propriétés mécaniques lorsque la température augmente se traduit par un changement de mécanisme de déformation et par l'apparition d'endommagement sévère.

### 2.4.1. Le coefficient de striction

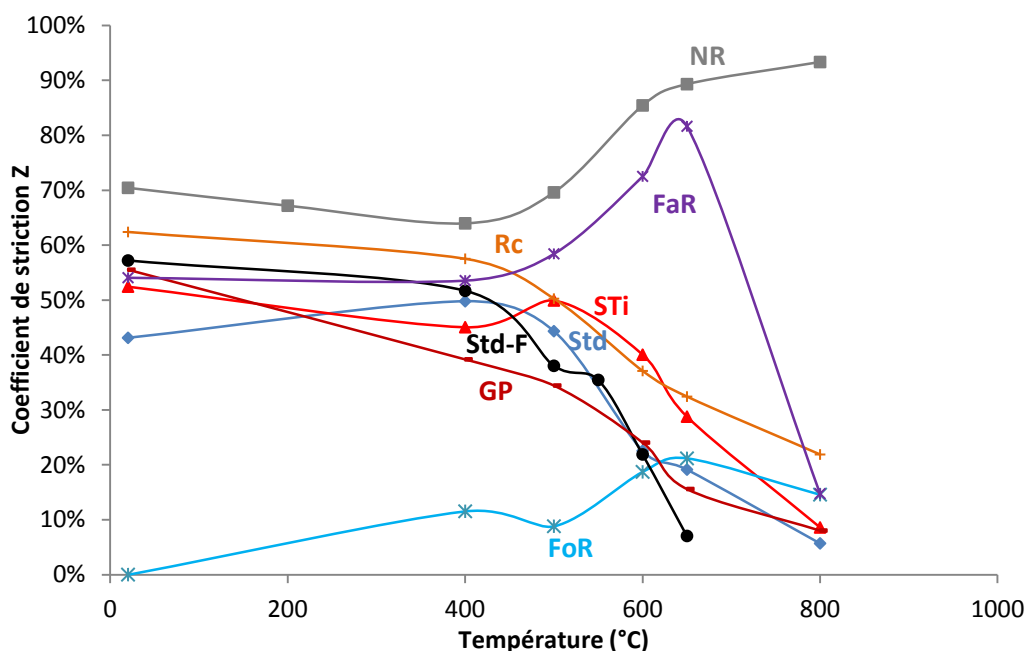
L'évolution du coefficient de striction, noté  $Z$ , avec la température permet d'avoir une première évaluation de l'endommagement du matériau. Les mesures des coefficients de striction ont été réalisées sur les différentes nuances, pour les différents types d'essai (traction et fluage). Il est calculé de la manière suivante :

$$Z = \frac{S_0 - S_R}{S_0} \times 100$$

Avec  $S_0$  la section initiale de l'éprouvette et  $S_R$  la section après rupture. Les diamètres d'éprouvettes (ou largeurs et épaisseurs pour les mini-éprouvettes) ont été mesurées au pied à coulisse. Les surfaces à rupture ont été mesurées à partir d'images prises avec une binoculaire.

A température ambiante et pour une vitesse de sollicitation de  $7.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , la plupart des nuances ODS ont un coefficient de striction similaire autour de 50%, exceptée la nuance FoR qui a un comportement fragile (Figure 101). A température ambiante, la nuance NR possède le coefficient de striction le plus élevé. En ce qui concerne les nuances ODS, l'acier Rc présente un coefficient de striction élevé probablement dû au fait qu'après recristallisation la précipitation grossière est en grande partie située en intragranulaire inhibant ainsi la croissance de cupules.

La courbe d'évolution avec la température du coefficient de striction des aciers modèles Rc, STi, GP et Std se décrit par un plateau entre 20°C et 500°C puis une chute notable du coefficient de striction  $Z$  pour des températures plus élevées. On observe une chute plus importante pour les nuances Std et STi par rapport à la nuance Rc. Ce plateau athermique est également observé pour la nuance FaR cependant celle-ci présente une augmentation du coefficient de striction jusqu'à 80% à 650°C avant de chuter brusquement jusqu'à 15% à 800°C (cette dernière valeur étant similaire à celle des autres matériaux). La nuance FoR perd son caractère fragile lorsque la température augmente, pour rejoindre un comportement similaire aux autres nuances à haute température. Enfin, la ductilité de la nuance NR continue de croître jusqu'à 800°C. Ce matériau atteint alors un allongement total proche de 95%.

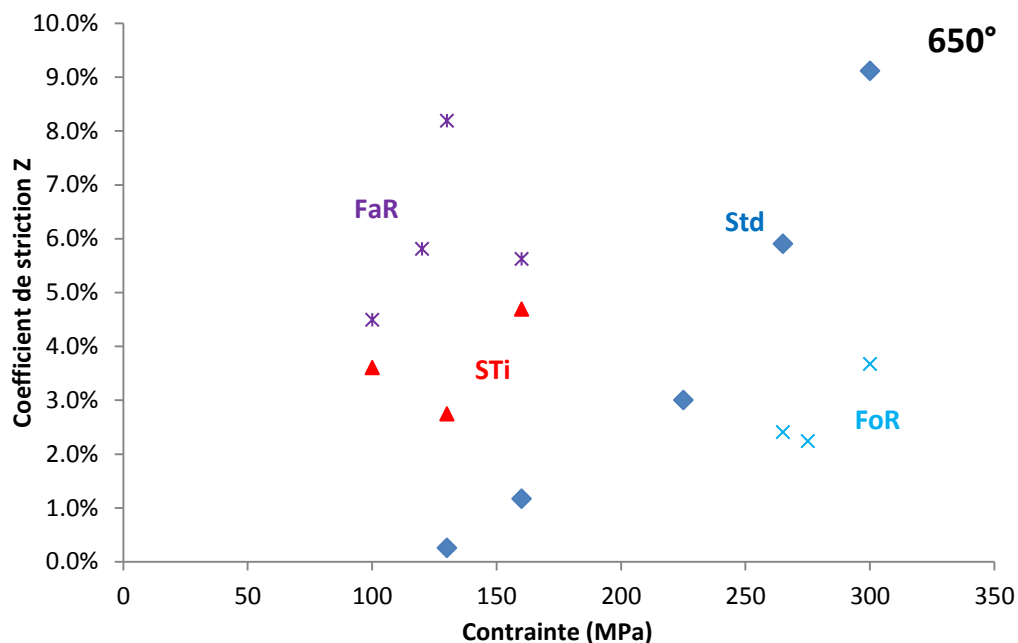


**Figure 101 :** Evolution du coefficient de striction avec la température pour les différentes nuances modèles testées en traction à  $7.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

Les coefficients de striction d'éprouvettes sollicitées en traction avec une faible vitesse de déformation ( $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ) ont également été mesurés à la binoculaire (annexe 6). Contrairement à ce qui est observé pour une vitesse de déformation plus importante, le coefficient de striction des différentes nuances ODS sollicités à faibles vitesses chute au-delà de 500°C (annexe 6). Seule la nuance dépourvue de renforts garde ce caractère ductile à haute température. On observe donc un mécanisme d'endommagement plus sévère pour des essais mécaniques à haute température et à



basse vitesse. Cela est confirmé par les mesures de coefficient de striction des éprouvettes rompues après fluage (Figure 102) qui est beaucoup plus faible qu'en traction « rapide ». Le coefficient de striction des nuances STi et FaR semblent toutefois montrer une meilleure ductilité à haute températures vis-à-vis de la nuance Std.



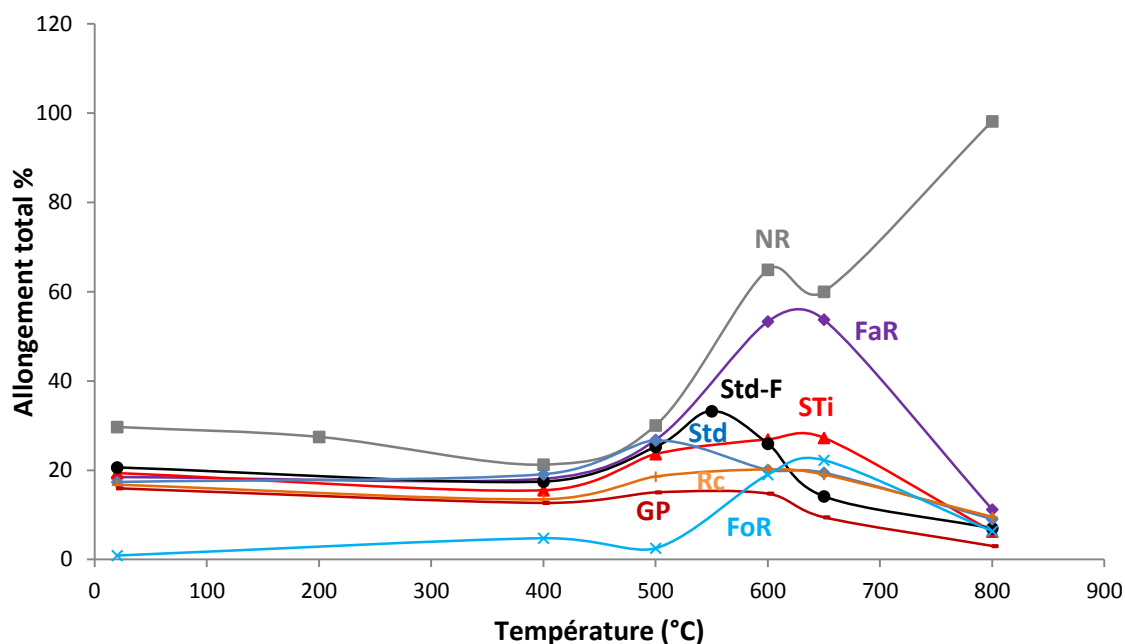
**Figure 102 :** Evolution du coefficient de striction avec la contrainte pour les différentes nuances modèles testées en fluage à 650°C.

#### 2.4.2. Allongement total A%

L'allongement total en traction se décompose généralement en deux régimes : un premier régime, plus ou moins marqué selon la température et la nuance étudiée, appelé allongement uniforme (étudié précédemment) et un régime post striction qui est essentiellement dépendant de l'écrouissage et de l'endommagement (coefficient de striction Z).

En analysant les allongements totaux, A%, on retrouve un pic d'allongement pour chacune des nuances ODS modèles. Au contraire et malgré un léger épaulement entre 600 et 650°C, l'allongement total de la nuance non renforcée (NR) continue d'augmenter avec la température jusqu'à atteindre des allongements totaux de 100%. L'origine de ce pic d'allongement est donc liée à la présence de nano-renforts. En outre, on remarque que la position du pic d'allongement varie selon la nuance ODS. Pour les nuances à faible densité de renforts (FaR et STi) ainsi que pour la nuance FoR, le pic d'allongement se situe aux alentours de 650°C (Figure 103). Le pic d'allongement de la nuance Std apparaît plutôt à 500°C. Enfin, le pic d'allongement des nuances recuites Rc et GP est plus évasé. Il est alors plus compliqué de donner une température à partir de laquelle l'allongement total chute.

A l'exception de la nuance FaR, le pic d'allongement des nuances ODS modèles est gouverné par l'évolution de la sensibilité de la contrainte avec la vitesse de déformation et non par le coefficient de striction : on parle de pic de viscosité. La nuance FaR présente, quant à elle, un pic d'allongement en accord avec une augmentation du coefficient de striction : on parle plutôt de pic de ductilité. Enfin l'allongement total de la nuance NR est gouverné par le coefficient de striction.



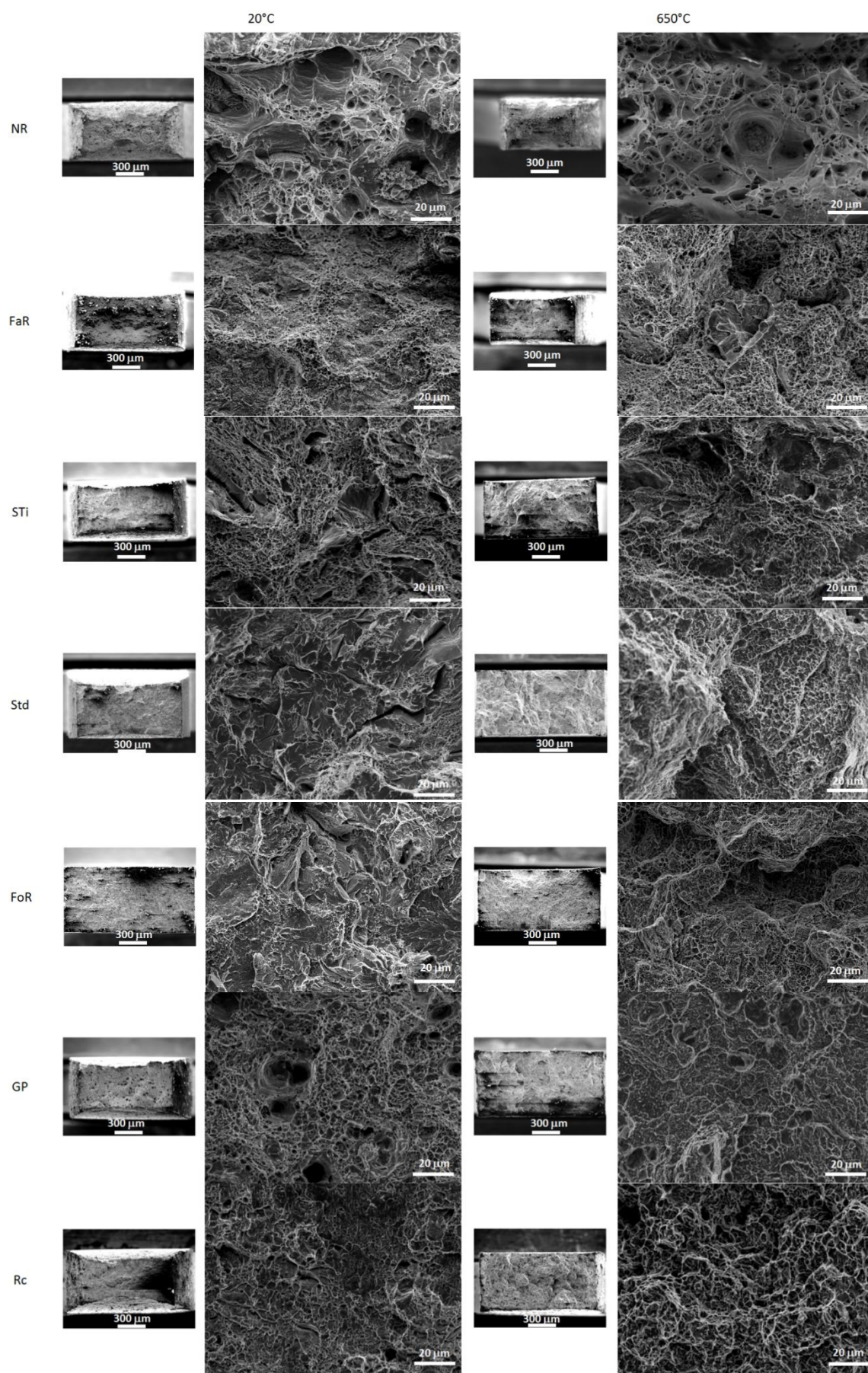
**Figure 103 :** Evolution de la valeur de l'allongement total A% avec la température pour chacune des nuances modèles sollicitées à une vitesse de  $7.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

A faible vitesse de sollicitation, le pic d'allongement est observé à 500°C pour une grande partie des nuances renforcées (annexe 6). On aurait donc un endommagement plus sévère à  $1.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Seule la nuance FoR présente une évolution croissante de l'allongement total avec la température. Il est possible que cela soit dû à son comportement fragile observé aux basses températures et biaisant ainsi l'évolution de la courbe.

#### 2.4.3. Les faciès de rupture

La Figure 104 présente les faciès de rupture après essai de traction à température ambiante et à 650°C sur les différentes nuances de l'étude sollicitées avec une vitesse de déformation de  $7.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Dans un premier temps, les images à faible grossissement confirment les mesures de striction des différents aciers de l'étude.

Des micro-fissures sont observées sur les faciès de rupture des nuances modèles FaR, STi, Std, Rc et FoR testées à température ambiante, correspondant à une présence de rupture intra-granulaire. Le faciès de rupture des aciers NR, GP et Rc est très majoritairement ductile, avec deux populations de cavités, dont l'une grossière est vraisemblablement créée initialement au niveau des gros précipités microniques puis croît au cours de l'essai.



**Figure 104 :** Faciès de rupture après traction à l'ambiante et à 650°C à  $7 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  des différentes nuances modèles.

Dès lors que l'on s'intéresse d'un peu plus près aux faciès de rupture obtenus à température ambiante, on remarque un comportement quasi-fragile, illustré par la présence de zones de clivage, plus ou moins nombreuses selon la nuance, et des zones à cupules bien dessinées, pour les nuances STi, Rc et Std. On observe tout de même moins de clivage sur les nuances STi et Rc que sur la nuance Std, confirmant la meilleure ductilité de ces deux aciers. Comme l'illustrent les faciès de rupture de la nuance Std, ces zones de clivage semblent correspondre aux gros grains alors que les cupules seraient plus présentes dans les grains microniques et submicroniques. On peut également noter un comportement fragile pour l'acier FoR. Au contraire, les nuances FaR, GP et NR présentent un comportement ductile, caractérisé par la présence de cupules de différentes tailles. Ici encore, certaines cupules, de tailles submicroniques, laissent à penser qu'il y aurait une correspondance avec les zones à grains nanométriques.

A 650°C, les faciès de rupture sont fortement oxydés. On peut tout de même souligner une rupture sous forme de marches observé sur chacune des nuances ODS. La rupture semble avoir eu lieu par décohésion successive de couches. En outre, la rupture est totalement ductile avec des cupules qui remplacent les quelques zones de clivage observées à température ambiante sur les nuances STi, Std, FoR et Rc. Ces observations sont en accord avec l'évolution du coefficient de striction. Des traces de ligaments ductiles sont également observées. On retrouve d'ailleurs ce type de faciès de rupture accidenté sur les éprouvettes rompues en fluage (annexe 8). A 650°C, seul le faciès de rupture de l'acier dépourvu de renforts ne change que très peu. Ce dernier reste ductile avec la présence de grosses cupules clairement dessinées.

Les fractographies réalisées sur les éprouvettes rompues à  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  reprennent toutes les observations exposées ci-dessus.

### **3. Synthèse des données mécaniques et discussion**

Les différentes nuances de l'étude ont été testées en traction, sur une large gamme de température allant de l'ambiante à 800°C, et en fluage à 650°C et 700°C. Ces essais mécaniques ont permis de mettre en évidence des informations concernant l'effet du mode de consolidation (nuance Std et Std-F), de l'ajout des renforts (nuance NR), l'effet de la fraction volumique (FaR, Std, FoR) et de la taille des précipités (GP), du libre parcours moyen  $\lambda$  (STi) et l'effet de la taille de grain (Rc).

#### **3.1. Effet du mode de consolidation**

Un gain sur la valeur de la limite d'élasticité après consolidation par filage a été observé sur une large gamme de température et vient confirmer les résultats de De Castro [217]. On peut bien sûr s'attendre à ce que ce gain soit compensé par une perte dans le sens transverse. Les propriétés en fluage (temps à rupture, vitesse de fluage secondaire) de la nuance Std-F testée dans le sens axial sont également bien meilleures que celles de la nuance Std. En effet, pour une même contrainte de chargement (260 MPa) à 650°C, l'acier Std-F flue pendant 4730 heures contre moins d'1h30 pour la nuance Std. En outre la contrainte seuil de l'acier ODS filé est quasiment 3 fois plus élevée que celle de la nuance Std. La précipitation étant proche entre les deux nuances, il est possible que cette différence soit liée à la texture morphologique et cristallographique induite par le procédé de filage. En effet, lorsque l'on teste en fluage une éprouvette prélevée dans le sens circonférentiel d'un acier ODS filé, les propriétés sont bien moins bonnes [45]. Afin de compenser la différence de propriétés mécaniques (traction et fluage) liée au procédé de filage, la nuance ODS modèle doit être renforcée

de 1% de Ti et d' $\text{Y}_2\text{O}_3$ . Malgré ces différences de propriétés mécaniques, on peut noter une similitude au niveau de l'allure des courbes de traction et au niveau de l'exposant de Norton. Cela signifie que les mécanismes de déformation sont les mêmes quel que soit le mode de consolidation utilisé.

En outre, l'isotropie microstructurale des nuances consolidées par CIC, observée dans le chapitre III, est confirmée au niveau des propriétés mécaniques par des essais de traction réalisés sur la nuance Std dans le sens axial et radial.

### **3.2. Effet de l'ajout d'oxydes d'yttrium**

Lorsque l'on compare les résultats mécaniques obtenus en traction et en fluage de la nuance NR avec ceux de la nuance Std, un apport significatif des oxydes d'yttrium sur les propriétés mécaniques (dureté plus élevée, valeur de limite d'élasticité plus élevée sur une large gamme de température, meilleure tenue en fluage avec une diminution de la vitesse de fluage secondaire et une augmentation du temps à rupture) est mis en évidence. En effet, on observe une dureté 2 fois plus élevée et une limite d'élasticité 4 fois plus élevée pour la nuance Std à température ambiante. Cela confirme les études menées par De Castro [217] et Klueh [28]. Comme l'illustrent les résultats de traction, l'évolution de la valeur de la limite d'élasticité avec la température diffère entre une nuance renforcée et une nuance dépourvue de renforts. Alors qu'une chute de la limite d'élasticité est observée au-delà de 400°C sur la nuance ODS, la nuance NR décroît moins sensiblement sur toute la plage de température étudiée. Toutefois, l'amélioration des propriétés mécaniques s'accompagne d'une perte de ductilité. En outre, une augmentation de l'allongement total avec la température a été constatée lorsque l'acier Fe-14Cr est dépourvu de renforts. Cela est en bon accord avec les observations de McClintock [30]. Le taux de déformation atteignant les 90% à 800°C, on peut penser que l'acier NR suit un mécanisme de superplasticité (phénomène qui sera décrit plus en détail au chapitre suivant) avec du glissement aux joints de grain à haute température. A l'inverse, l'acier Std présente un pic d'allongement au-delà duquel l'allongement total chute drastiquement. Une chute du coefficient de striction de la nuance ODS a également été observée alors que celui de l'acier NR continue d'augmenter avec la température. Ces différents résultats montrent ainsi que l'incorporation de renforts engendre un changement de mécanisme d'endommagement aux hautes températures.

L'introduction d'une contrainte seuil pour des aciers renforcés a également été vérifiée. En effet, l'exposant de contrainte  $n$  d'une nuance dépourvue de renforts est de 5 (ordre de grandeur obtenu pour les aciers conventionnels) alors qu'elle s'élève à 12 pour des nuances renforcées, valeurs cohérentes avec celles disponibles dans la littérature [37, 22, 50]. Cette valeur d'exposant de contrainte serait associée à un mécanisme de déformation de type fluage de dislocations avec épinglage des dislocations par les nanoparticules [51, 239].

### **3.3. Effet de la taille de grain**

La comparaison des résultats de traction des nuances GP et Rc montre un faible effet de la taille de grain sur la valeur de la limite d'élasticité, or différentes études montrent plutôt une diminution de la valeur de la limite d'élasticité lorsque la taille de grain augmente [240, 241]. Par exemple, Kassner a étudié l'effet de la taille de grain d'un aluminium pur recuit à différentes températures pendant deux heures. Il montre une valeur de limite d'élasticité plus importante lorsque la taille moyenne des grains est faible [242].

Ainsi, il est possible que cette faible différence soit liée à la légère différence de précipitation, tel que l'avait observé Waker dans son étude portant sur la comparaison des propriétés en traction

entre la microstructure de référence et la zone affectée thermiquement (ZAT) après soudure d'un acier MA956 [243]. A haute température, la valeur de la limite d'élasticité de la nuance Rc est proche de celles obtenues sur les nuances GP et Std.

Il a également été constaté que la nuance Rc flue plus rapidement que la nuance Std pour de fortes contraintes. Cependant, les temps à rupture de la nuance recristallisée sont meilleurs pour des contraintes inférieures à 160 MPa à 650°C, du fait d'une ductilité plus grande. Cela est en bon accord avec les observations faites précédemment par Alamo [19]. Il est possible que ces bonnes propriétés en fluage aux faibles contraintes soient liées au phénomène de recristallisation. En effet, après germination/croissance des nouveaux grains, les nouveaux joints de grain sont sûrement plus propres (absence de précipités grossiers, moins de ségrégation, etc ...) améliorant ainsi la ductilité de ces derniers.

Une similitude entre l'allure des courbes de traction et les exposants de contrainte des nuances GP et Rc montre qu'il n'y a aucun effet de la taille de grain sur les mécanismes de déformation.

### **3.4. Effet des renforts**

L'effet du taux de renforts a été étudié en comparant les propriétés mécaniques des aciers FaR, Std et FoR. L'effet de la taille des nanoparticules a été analysé à l'aide des nuances Rc, GP et Std. On peut affirmer que les effets de ces deux paramètres microstructuraux se ramènent à des effets du libre parcours moyen  $\lambda$  sur les propriétés mécaniques. Pour les nuances FaR, Std et FoR, comme les tailles moyennes de précipitation sont identiques, cela revient à regarder plus précisément l'impact de la densité (ou équivalent dans ce cas de la fraction volumique). Pour les nuances Rc, GP et Std, les fractions volumiques sont proches et l'évolution traduit donc directement l'effet de la taille de renforts.

Il a été constaté que la taille moyenne des nanoparticules et la fraction volumique de renforts n'ont aucun effet sur la température à partir de laquelle les propriétés mécaniques en traction chutent (environ 400°C). En outre les valeurs d'exposants de contrainte sont proches pour chacune des nuances ODS. Ainsi, les mécanismes de déformation ne sont pas sensiblement influencés par une variation de la fraction volumique et de la taille moyenne des renforts.

On remarque tout de même que lorsque la fraction volumique de renforts augmente, la valeur de la limite d'élasticité augmente elle aussi, et ce sur toute la gamme de température. Cet effet est particulièrement notable à température ambiante, toutefois il s'accompagne d'une perte de la ductilité.

A température ambiante, l'effet de la taille des renforts sur la valeur de la limite d'élasticité est important, confirmant les observations de Zhong [193] : un accroissement de la taille des particules (induisant à fraction volumique constante une augmentation du libre parcours moyen) s'accompagne d'une diminution de la valeur de la limite d'élasticité. Cependant, cet effet s'estompe lorsque la température d'essai augmente. En effet, une similitude entre le comportement en traction des nuances Std et GP est observée à haute température. Différentes études antérieures montrent un comportement différent. Klueh [28] et Kim [106] ont cherché à étudier l'effet de la taille de précipitation (et donc du libre parcours moyen) sur la valeur de la limite d'élasticité. Pour cela, ils ont comparé les propriétés mécaniques d'un acier ODS 12% de Cr filé renforcé par 0,25% d' $Y_2O_3$  et exempt de titane (12Y1) avec celles du même acier avec 3% massique de tungstène (12YW) et d'un acier 12YWT (Fe-12Cr-3W-0,4Ti-0,25 $Y_2O_3$ ). Ils observent des propriétés en traction plus faibles lorsque la nuance est dépourvue de titane toutefois les microstructures variant pour chacune des nuances (diminution de la taille de grain et augmentation de la densité de dislocations lorsque la



taille des nanoparticules diminue), il est difficile d'associer cette différence de valeur de limite d'élasticité à un simple effet de taille de précipitation. On peut tout de même dire que la différence de texture morphologique ne permet pas d'expliquer cette différence qui est également observée sur des aciers ODS 12% de Cr élaborés par CIC [244]. L'effet de la taille des nanoparticules (soit du libre parcours moyen) à haute température ne semble donc pas encore bien compris.

En ce qui concerne le fluage, on retrouve un effet notable du taux de renforts sur les propriétés mécaniques. En effet, lorsque le taux de renforts (soit la fraction volumique) augmente, la vitesse de fluage secondaire diminue, la contrainte seuil diminue elle aussi et le temps à rupture augmente. Cependant, la ductilité diminue. Ces observations sont en bon accord avec les résultats de Ukai [245]. Pour les mêmes conditions de fluage, la nuance GP exhibe un temps à rupture 5 fois plus faible que l'acier Std. Cela est sûrement lié à la différence de taille de précipitation observée entre ces deux nuances. Klueh avait également observé une diminution du temps à rupture lorsque le rayon moyen des nanoparticules passe de 2 nm à 13 nm [28]. Il est fort probable que l'effet des précipités s'accroît lorsque leur taille augmente significativement.

Enfin, aucun effet de la fraction volumique ne semble être noté sur l'énergie d'activation. En effet, les nuances FaR et Std présentent les mêmes valeurs d'énergie d'activation.

### **3.5. Effet du titane (Effet du libre parcours moyen)**

A faible température, les valeurs de limite d'élasticité de la nuance STi sont plus faibles que celles de la nuance Std. Cela provient de l'effet de la précipitation et plus particulièrement du libre parcours moyen. Cet effet du libre parcours moyen semble s'estomper avec la température. En effet, à haute température, les propriétés en traction entre les nuances STi et Std sont quasiment les mêmes.

En fluage, la faible différence de temps à rupture entre les nuances Std et STi laissent penser que l'effet du libre parcours moyen séparant deux nanoparticules est moindre à haute température. Toutefois, une différence de vitesse de fluage secondaire et du taux de déformation entre les nuances Std et STi est observée.

Enfin, la nuance STi présente une meilleure ductilité à haute température, comparée à la nuance Std.

### **3.6. L'érouissage d'aciers ODS**

Les courbes d'érouissage mettent en évidence une faible différence des pentes de stade III pour chacune des nuances de l'étude. A l'inverse, les courbes d'érouissage d'alliages d'aluminium diffèrent selon leur état métallurgique [246, 247]. Cela semble indiquer que les taux de restauration dynamique sont assez proches dans les différentes nuances et ce malgré l'influence que peut avoir la présence des précipités sur ce taux de restauration dynamique [248].

Une augmentation du taux d'érouissage aux faibles déformations a été constatée sur les nuances ODS à température ambiante. Ce nouveau régime a également été observé sur d'autres ODS [164] et sur des alliages d'aluminium [57, 248]. Selon Bardel [248], ce régime serait lié à un effet de stockage des boucles de dislocations autour des particules après franchissement de l'obstacle par la dislocation. Toutefois, il obtient après calcul un nombre de boucles de dislocations maximum bien trop important (1000), remettant en doute l'origine du régime. Ce nouveau régime correspond sans doute plutôt à une transition élasto-plastique résultant du fait que pour une déformation plastique de 0,2%, tous les matériaux ne sont pas rentrés en plasticité généralisée. En effet un domaine plus important est observé sur la nuance FaR par rapport à la nuance Std. Or, comme nous l'avons vu

dans le chapitre III, l'acier FaR est composé d'une fraction surfacique de grains nanométriques plus élevée que l'acier Std.

Enfin, la nuance Std présente un comportement qui diffère des autres avec l'apparition d'un plateau d'écrouissage classiquement observé sur les alliages d'aluminium à durcissement structural [246].





## V. Etude des mécanismes de déformation et d'endommagement des aciers ODS modèles

Dans le chapitre précédent, le comportement à l'échelle macroscopique a été étudié. Ce chapitre se focalise sur les mécanismes de déformation observés à l'échelle microscopique.

### 1. Etat de l'art

#### 1.1. Mécanismes de déformation en traction

##### 1.1.1. Mécanismes de déformation à basse température

Après traction à température ambiante sur une nuance ODS à base Fe-14%Cr filée, de nombreuses interactions entre les dislocations rectilignes, typiques d'un mécanisme de Peierls observé à température ambiante dans un matériau cubique centré [249], et les précipités de taille nanométrique sont observées par MET [37]. Ce comportement a également été observé par déformation *in situ* dans un MET sur des aciers ODS MA957 [250], MA956 [251, 252] et PM2000 [252]. Les analyses EBSD réalisées par Boulnat sur éprouvette rompue en traction à 20°C d'une nuance de composition nominale Fe-14Cr-1W-0,3Ti-0,25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> consolidée à 1150°C par Spark Plasma Sintering (SPS) à l'INSA de Lyon, montrent que les gros grains accumulent efficacement la déformation plastique. Il est plus compliqué de définir les mécanismes de déformation dans les zones à petits grains en raison de la mauvaise résolution de la cartographie EBSD [164].

Des expériences de déformation pour de faibles températures (entre l'ambiante et 400°C) dans un Microscope Electronique à Balayage (MEB *in situ*) et dans un Microscope Electronique en Transmission (MET *in situ*) ont également été réalisées sur des aciers ODS filés (microstructure à grains allongés dans la direction de filage), consolidés par CIC (microstructure bimodale à grains équiaxes) ou encore consolidés par SPS (microstructurale bimodale, similaire à un acier consolidé par CIC). A l'échelle de la microstructure, des mécanismes de déformation intragranulaires sont mis en évidence au MEB avec la formation de bandes de glissement au sein de certains gros grains. Boulnat [164] suspecte également une légère rotation de gros grains liée à la formation de sous-joints durant la déformation plastique. En outre, pour des taux de déformation importants, Boulnat souligne l'apparition d'un endommagement intergranulaire au niveau des zones à grains nanométriques et s'initiant au niveau des oxydes de titane grossiers, observations en accord avec celles de Choi [253]. Des analyses EBSD mettent également en évidence une rotation des nano-grains lors de l'essai de traction [164]. Praud observe par MET des dislocations ancrées sur les nanoparticules au sein des nuances ODS filées, qu'elles soient ferritiques ou martensitiques. Les tests de déformation *in situ* au MET mettent en évidence que leur désancrage est saccadé. En outre, des sources intragranulaires de dislocations sont observées, confortant l'idée d'une déformation principalement intragranulaire à basse température. Les mêmes mécanismes de déformation sont observés sur des nuances ODS consolidées par CIC. Des phénomènes de glissement dévié (cross-slip) sont également observés sur les nuances CIC [37].

##### 1.1.2. Mécanismes de déformation à haute température

Pour des températures comprises entre 400°C et 550°C, les dislocations observées en déformation *in situ* dans un MET au sein d'une nuance CIC gardent une mobilité saccadé avec un fort

ancrage sur les nanoparticules [37]. L'apparition de cavités et de décohésion le long des joints de grain a également été soulignée, mettant en évidence une compétition entre les mécanismes de déformation intra- et intergranulaire [254]. A 575°C, un mixte de deux types de mouvement des dislocations, avec certaines gardant un mouvement saccadé et d'autres se déplaçant de façon plus visqueuse (mouvement continu) a été observé [37]. Il a été proposé que le mouvement saccadé provienne d'un phénomène de vieillissement dynamique. Le phénomène de vieillissement dynamique correspond à un mécanisme de blocage de dislocations qui est commandé par un processus de diffusion des solutés. La vitesse de diffusion des solutés étant du même ordre de grandeur que la vitesse de mouvement des dislocations, une compétition entre la mobilité des dislocations et des solutés, s'accompagnant de phénomènes d'ancrage-désancrage successifs des dislocations, est observé dans le domaine du vieillissement dynamique. Selon Caillard [255], le soluté impactant le vieillissement dynamique est le carbone. En effet, l'énergie d'activation correspondant au début du domaine de vieillissement dynamique est comprise entre 0,8 et 0,85 eV, soit une énergie correspondant à la diffusion du carbone au cœur des dislocations. La fin du vieillissement dynamique correspond à un mécanisme de formation d'un double décrochement couplé avec la diffusion des atomes de carbone [255]. Dans le cas du fer pur et des alliages Fe-Si et Fe-Ni, le vieillissement dynamique apparaît à des températures situées entre 100°C et 300°C [255]. Le vieillissement dynamique d'un alliage Fe-Cr débute pour des températures plus élevées (250°C à 450°C), probablement en raison de la formation de carbure de chrome [249]. A l'échelle macroscopique, le vieillissement dynamique est à l'origine des instabilités plastiques (décrochements correspondant à l'apparition de bandes de déformation localisées) observées sur la courbe contrainte – déformation (instabilités de Portevin-Le Chatelier) et apparaissant lorsque la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation est négative [256, 257, 258]. Toutefois, comme le souligne Wang, le domaine de vieillissement dynamique peut être plus large que le domaine de Portevin-Le Chatelier. Ainsi, il peut également se manifester lorsque la sensibilité de la contrainte à la vitesse est supérieure à 0 [259]. Probablement dû à la fine taille de grain, le vieillissement dynamique n'a pas été observé sur les nuances ODS filées [37].

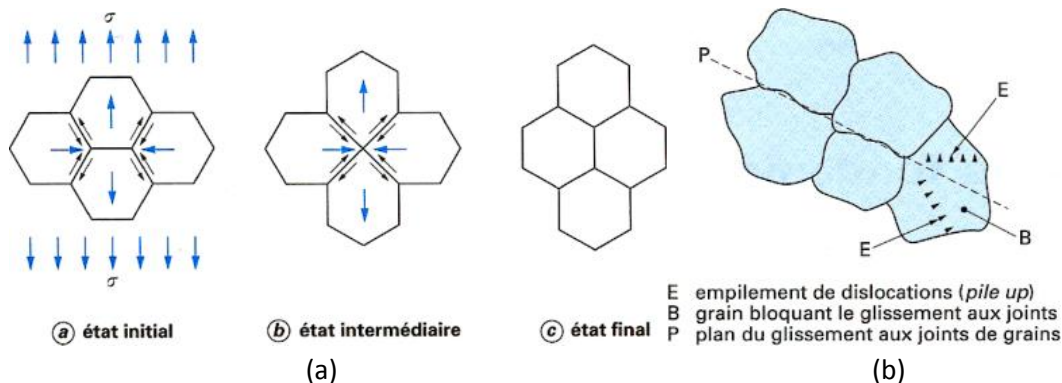
Les essais de déformation en MET *in situ* réalisés à des températures supérieures à 600°C sur des aciers renforcés par une dispersion d'oxydes indiquent la présence de sources d'activation intergranulaires ainsi que des mouvements de dislocations continus. Les nanoparticules continuent tout de même d'ancrer les dislocations, cependant ces dernières se détachent rapidement [251, 252, 260]. Ainsi, le franchissement des précipités est supposé facilité par un mécanisme de montée-glissement des dislocations. Différentes théories de franchissement ont été proposées dans la littérature :

- Brown et Ham [261] ainsi que Shewfelt et Brown [84] supposent que les précipités sont contournés par une montée « locale » des dislocations. Cela signifie que seule la portion de dislocation proche de l'interface précipité – matrice monte, l'autre portion de dislocation restant dans le plan de glissement.
- Du fait de la forte courbure de la portion de dislocations proche de l'interface précipité – matrice, permettant à la dislocation de monter, Lagneborg montre que la théorie de montée « locale » ne peut être admise. La montée des dislocations seraient plutôt « générale » [262].
- Srolovitz suspecte l'existence d'une interaction attractive entre la dislocation et les nanoparticules [87]. Cette hypothèse a d'ailleurs été confirmée à l'aide d'observations au MET des interactions entre les particules et les dislocations [263].

- En s'appuyant sur les travaux de Srolovitz, Rösler et Arzt supposent que le franchissement des nanoparticules est suivi d'un détachement thermiquement activé contrôlant le mouvement des dislocations [264].

En plus des mécanismes intragranulaires, Okada rapporte que les travaux de Yoshizawa [265] ont mis en évidence du glissement aux joints de grain lors d'un essai de compression à 650°C [36], indiquant donc la présence d'un phénomène de superplasticité. Sugino et ses collaborateurs confirment ce phénomène de déformation pour des essais de traction à haute température (800°C) avec suivi de déformation avec micro-gravure [266].

La superplasticité se traduit par la capacité d'un matériau polycristallin à se déformer plastiquement à haute température ( $T > 0,5 T_f$ ) et d'atteindre des taux de déformation d'au moins 100%. Ce phénomène est observé pour des matériaux dont la microstructure est composée de grains fins ( $< 10 \mu\text{m}$ ) [267, 268]. La superplasticité se manifeste par l'apparition de glissement aux joints de grain, s'accompagnant de mécanismes d'accommodation. Cette accommodation peut se faire par diffusion de matière le long des joints (Figure 105 (a)) ou par mouvement des dislocations permettant la poursuite du glissement intergranulaire (Figure 105 (b)).



**Figure 105** : Schéma des mécanismes de glissement aux joints de grain accommodés par diffusion (a) ou par mouvement des dislocations (b) [267].

Dans le but de mettre en évidence ce phénomène de superplasticité, des essais de traction à haute température avec suivi de la déformation par corrélation d'images ont été réalisés par Steckmeyer [50]. Des lignes de platine sont déposées par MEB-Focused Ion Beam (FIB) en surface d'un échantillon, préalablement poli (finition feutre avec suspension de silice colloïdale). Le dépôt est principalement constitué de lignes perpendiculaires à la direction d'extrusion afin de pouvoir mettre en évidence le glissement le long des joints de grain. Cependant, malgré la réalisation de l'essai de traction interrompu sous atmosphère neutre (hélium), l'oxydation en surface n'a pu être évitée. Masuda [269] et Sugino [53] ont également effectué des essais de traction interrompus avec suivi de la déformation par micro-grille, cette fois dessinée par gravure au FIB à l'aide d'ions gallium. Ces études de déformation par corrélation d'images ont permis de mettre en évidence des effets de vitesse de sollicitation à haute température.

## 1.2. Mécanismes de déformation selon la vitesse de sollicitation

Masuda [269] a réalisé les essais de traction à 900°C avec différentes vitesses de sollicitation. Il observe un mécanisme de déformation principalement intragranulaire pour de fortes vitesses de déformation ( $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ). Pour des vitesses comprises entre  $10^{-4}$  et  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , un nouveau régime,

caractérisé par la présence de glissement de joints de grain avec accommodation par mouvement de dislocations autour de ces joints de grain, est mis en évidence. Enfin, pour de faibles vitesses de déformation ( $< 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ), la déformation semble être dominée par du glissement coopératif aux joints de grain accommodé par un processus de diffusion [269]. Toutefois, lorsque l'on s'intéresse à la microgrille testée à 900°C avec une vitesse de  $3,8 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ , on peut se demander si le procédé de gravure ne provoque pas des zones de déformation préférentielles par concentration de contrainte [269]. En effet, des fissures sont observées le long des gravures. L'étude de Sugino, traitant de l'effet de la vitesse de sollicitation en traction, a également souligné la présence de mécanismes de déformation par glissement des joints de grain à 800°C pour une vitesse de sollicitation de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  [53].

Malgré la présence de serrations le long de certains joints de grain, Sugino suggère une absence de glissement aux joints de grain pour des aciers ODS testés en fluage entre 800 et 900°C et pour des contraintes allant de 80 à 120 MPa [270]. Des essais de fluage à 800°C et 900°C avec suivi de la déformation par microgrille confirment l'absence de glissement aux joints de grain [271].

L'observation d'une lame mince prélevée sur un échantillon ODS 14Cr consolidé par CIC et déformé en fluage, sous un chargement de 160 MPa à 650°C, exhibe également un fort épinglage des dislocations sur les particules [37, 250]. Ces observations sont en bon accord avec l'étude menée par Vorberg et ses collaborateurs sur l'évolution de la microstructure d'un ODS à base platine pour différents temps de fluage [272]. Ces différentes observations suggèrent la présence d'un mécanisme de déformation intragranulaire.

### **1.3. Mécanismes d'endommagement**

Selon Praud [37], une nuance ODS Fe-14%Cr élaborée par filage ne présente aucune cavité pour un essai de traction réalisé à basse température à vitesse rapide. Au contraire, pour des vitesses lentes, de nombreuses porosités se forment.

A haute température et pour différentes vitesses de sollicitation, de nombreuses porosités, alignées dans la direction de filage (également direction de sollicitation), sont observées près du faciès de rupture sur des coupes longitudinales d'éprouvettes déformées [37]. Steckmeyer confirme cet endommagement à haute température avec l'étude d'une coupe longitudinale d'une éprouvette de traction sollicitée à 750°C [50].

Différentes coupes longitudinales après fluage à 650°C d'un acier ODS Fe-14%Cr filé mettent en évidence une diminution du nombre et de la taille des porosités avec la contrainte appliquée. Tout comme sur les coupes longitudinales réalisées sur des éprouvettes de traction, ces porosités sont alignées selon la direction de filage [37], le long des joints de grain [21, 50]. A l'inverse, Wilshire et al. ainsi que Evans et al. observent la présence de fissures perpendiculaires à la direction de filage [273, 274, 275]. Selon Steckmeyer, ces microfissures perpendiculaires à la direction de sollicitation et de filage se forment au niveau de phases secondaires riches en chrome [50]. L'étude de Praud sur des aciers ferritiques consolidés par compaction isostatique à chaud montrent également des fissures perpendiculaires à la direction de sollicitation [37]. Shinozuka a également étudié l'endommagement de deux aciers ODS martensitiques consolidés par compaction isostatique, un acier 8Cr-2W-0,2V-0,1Ta et un acier 8Cr-1W, après fluage interrompu et à rupture pour des contraintes de chargement allant de 143 MPa à 228 MPa et pour des températures comprises entre 650°C et 730°C. Il observe la présence de cavités formées dans les zones martensitiques, situées le long de grains ferritiques allongés. Ces cavités croissent jusqu'à se propager sous forme de fissures [276, 277].

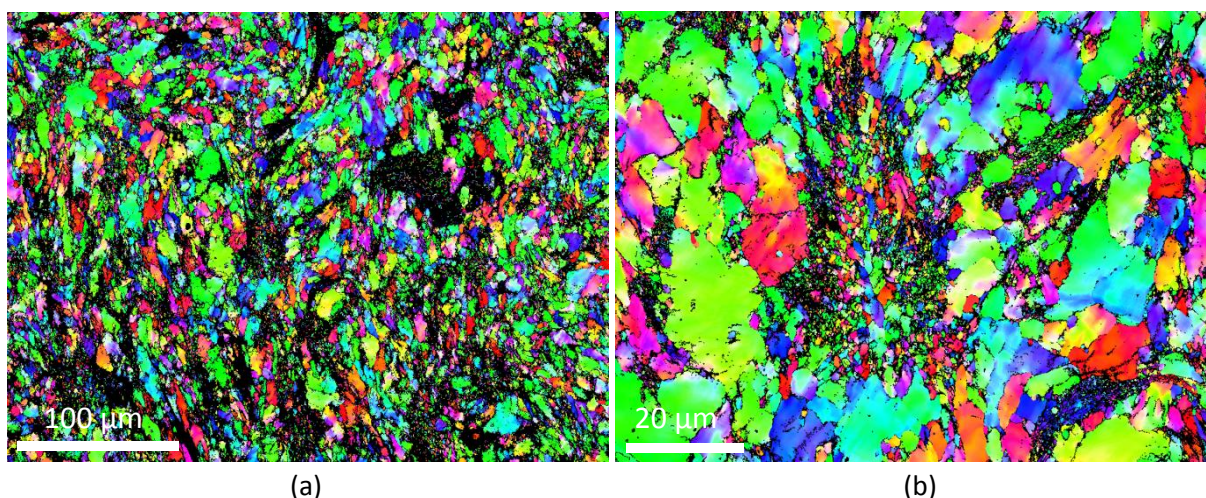
En confrontant ces différentes données issues de la littérature avec les résultats obtenus à partir des nuances modèles de l'étude, nous allons pouvoir comparer et discuter les différents mécanismes de déformation qui interviennent dans les aciers ferritiques/martensitiques renforcés par une fine dispersion d'oxydes. Les analyses réalisées sur les nuances de l'étude s'articulent autour d'études post-mortem, d'études de déformation en *in situ* dans un MET et par suivi de la déformation par corrélation d'images.

## 2. Etudes *post mortem* des mécanismes de déformation des différentes nuances de l'étude

### 2.1. Influence de la température sur les mécanismes de déformation

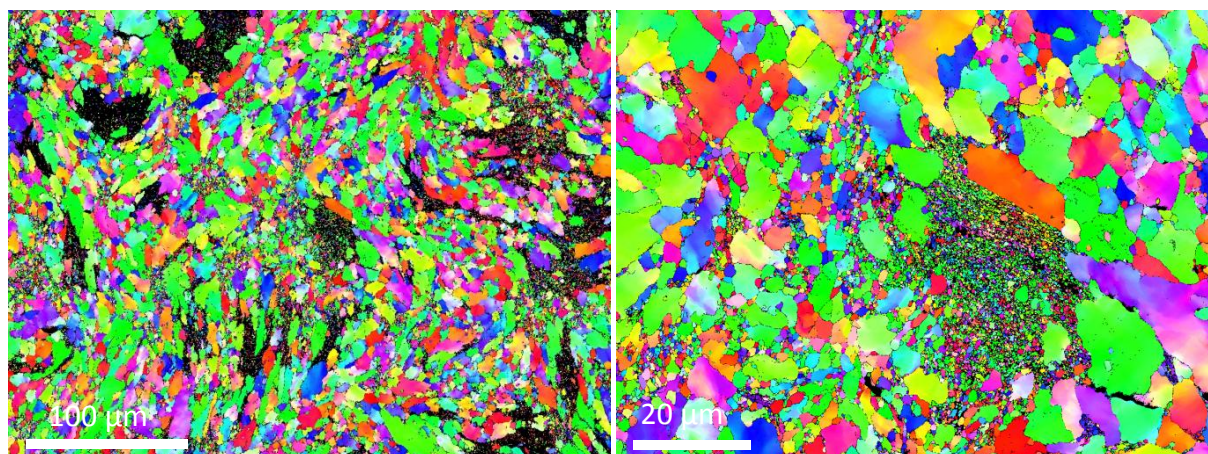
Afin d'étudier l'influence de la température sur les mécanismes de déformation, des analyses EBSD ont été réalisées sur une éprouvette Std déformée à rupture en traction à deux températures (à température ambiante et à 650°C) et avec une vitesse de déformation de  $7.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Les taux de déformation sont respectivement 7,63% et 13,46%. Sur l'éprouvette déformée à température ambiante, on trouve de fortes désorientations intragranulaires au sein des gros et des petits grains, mises en évidence par des gradients d'orientation qui n'étaient pas présents avant déformation (Figure 106). On remarque également des grains qui semblent plus allongés par rapport à la microstructure initiale (Figure 55, chapitre III). A haute température, on retrouve qualitativement les mêmes observations (Figure 107).

Pour quantifier la distribution de la plasticité dans les grains, on peut comparer la distribution des désorientations entre 1 et 5° (domaine LAB pour Low Angle Boundaries), obtenues via les données EBSD, entre l'état initial, l'état déformé à température ambiante et l'état déformé à haute température (650°C). On peut noter un élargissement du pic de désorientation pour les échantillons déformés par rapport à l'échantillon non déformé Std (Figure 108), l'échantillon déformé à température ambiante présentant en particulier un étalement plus important. Cette variation du pic de la distribution des angles de désorientation peut s'expliquer par la création de parois de dislocations durant la déformation plastique générant ainsi une forte désorientation locale.



**Figure 106** : Cartographies EBSD à différents grossissements (a et b) d'une éprouvette Std testée en traction à 20°C. La direction de sollicitation est perpendiculaire aux cartographies (normale à la feuille).

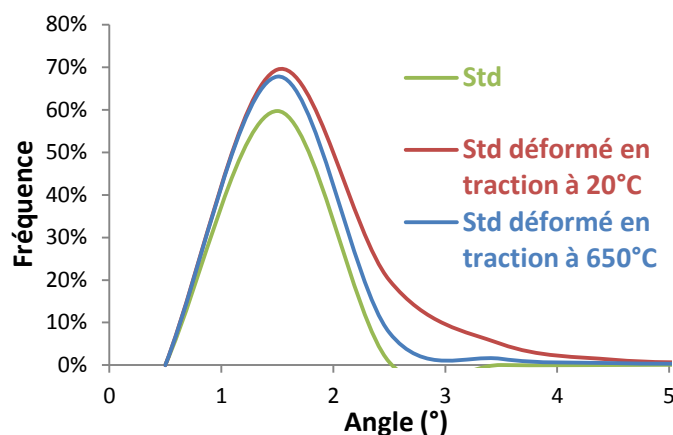




(a)

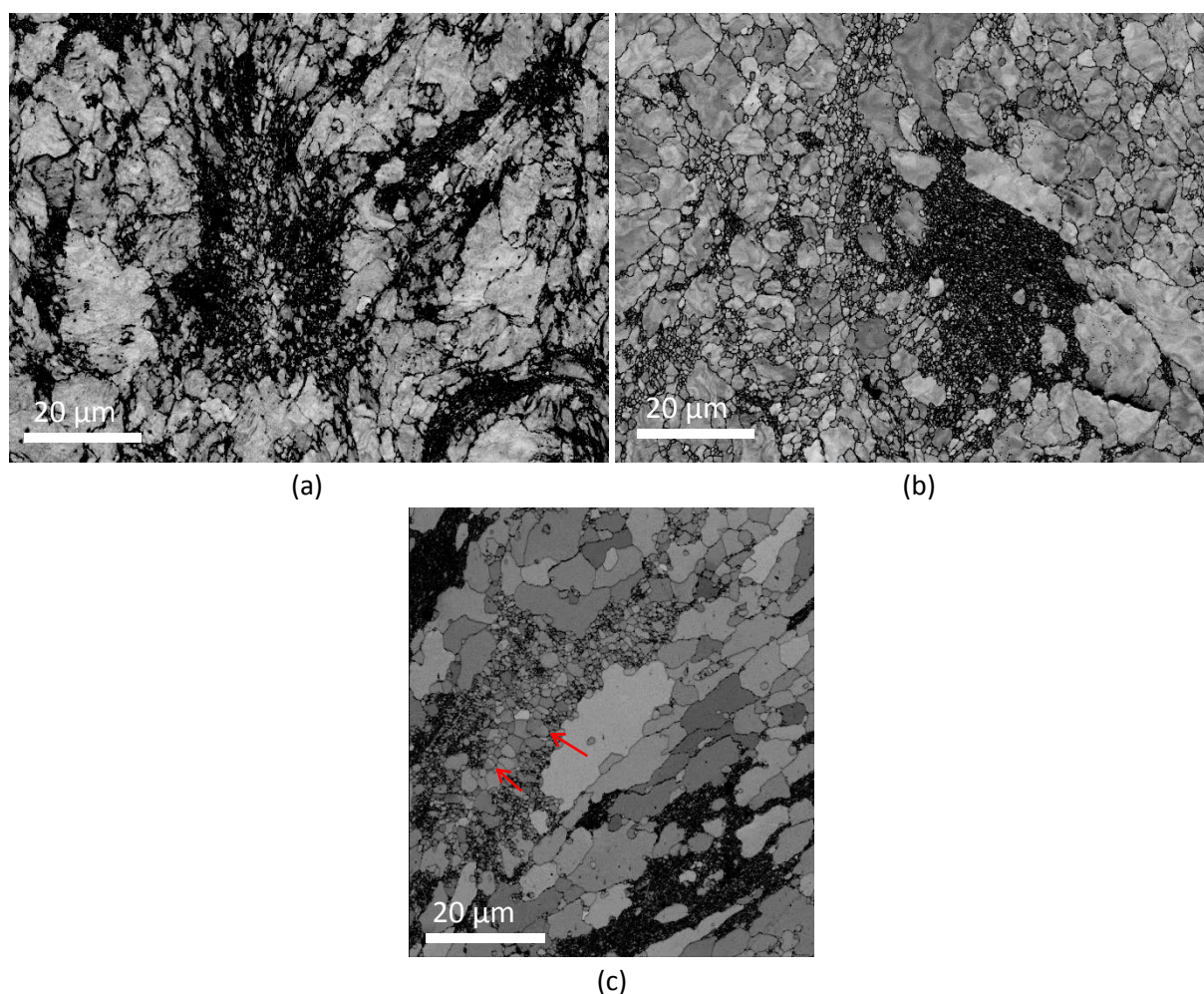
(b)

**Figure 107** : Cartographies EBSD à différents grossissements (a et b) d'une éprouvette Std testée en traction à 650°C. La direction de sollicitation est perpendiculaire aux cartographies (normale à la feuille).



**Figure 108** : Evaluation de la désorientation locale selon la température de l'essai de traction et comparaison avec l'état initial.

Enfin, la microstructure de l'éprouvette Std déformée à l'ambiante, visualisée par contraste de bande, montre des sortes de « veines » contrastées au sein des grains, caractéristiques d'une déformation intragranulaire (Figure 109 (a)). Ces traces de déformation intragranulaire sont également retrouvées sur la cartographie par contraste de bande pour l'éprouvette déformée à 650°C (Figure 109 (b)). A l'état initial, les gros grains ne semblent comporter aucun contraste de déformation intragranulaire. De légers contrastes de déformation, indiqués par des flèches rouges sur la (Figure 109 (c)), sont tout de même observés au sein de grains microniques.

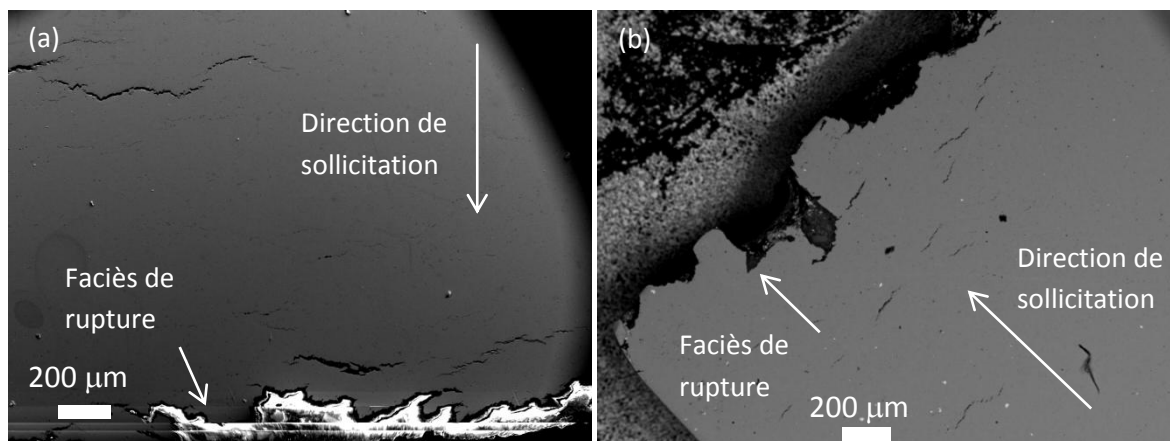


**Figure 109** : Microstructures de la nuance Std après traction à température ambiante (a), après traction à 650°C (b) et à l'état de réception (c) visualisées par le contraste de bandes à partir des données EBSD.

## 2.2. Influence de la contrainte appliquée sur les mécanismes de déformation en fluage

Des coupes longitudinales ont été effectuées sur les éprouvettes de la nuance Std ayant rompu en fluage à 650°C pour deux conditions extrêmes de chargement (160 MPa et 265 MPa). Les taux de déformation à rupture sont respectivement de 0,5% et 4,2%. Des fissures sont observées dans les deux cas aux abords du faciès de rupture. On peut noter une densité de fissures plus importante à forte contrainte qu'à faible contrainte, mais ces fissures sont plus petites. Contrairement aux matériaux ODS 14Cr filés [37], ces fissures sont perpendiculaires à la surface de rupture et à la direction de sollicitation, tel qu'observé par Praud [37]. En outre, le faciès de rupture semble plus plat sur l'éprouvette déformée à faible contrainte alors qu'il est accidenté à forte contrainte (Figure 110). La différence de densité de fissures présentes près du faciès de rupture traduit une concentration de contrainte plus importante liée à une striction plus marquée sur l'éprouvette rompue sous une contrainte de 265 MPa.

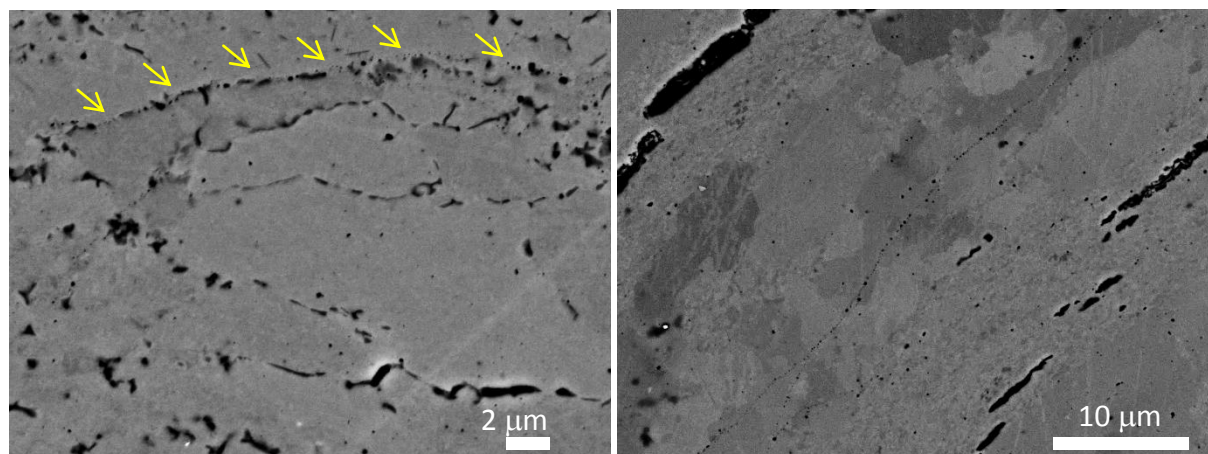




**Figure 110** : Fractographies d'éprouvettes de fluage de la nuance Std rompues à 650°C sous un chargement de 160 MPa (a) et sous un chargement de 265 MPa (b).

A plus fort grossissement, on peut noter que l'endommagement est principalement localisé en bord et au sein des zones à grains nanométriques pour les deux conditions de fluage (Figure 111 (b)). Pour une faible contrainte appliquée, la présence de cavités le long des gros grains est observée contrairement à un essai de fluage à forte contrainte. Certaines de ces cavités se forment au niveau des précipités grossiers alignés sous forme de chapelets et désignés par des flèches jaunes sur la Figure 111 (a). Ces observations confirment un endommagement intergranulaire en fin de fluage.

L'existence du régime tertiaire, mise en évidence par une augmentation progressive de la vitesse de fluage en fin d'essai à 650°C sous forte contrainte (Figure 96 (a), chapitre IV), semble se traduire par une propagation de fissures dans les zones à grains nanométriques. Au contraire, la rupture brusque, traditionnellement observée sur des essais de fluage longs sur acier ODS, semble être due à l'apparition de cavités au niveau des joints des gros grains, en plus de la propagation de fissures au sein des zones à grains nanométriques.

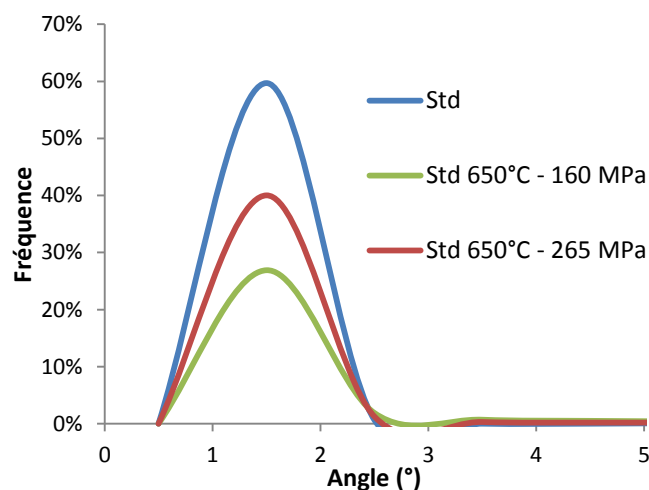


**Figure 111** : Microstructures après déformation en fluage à 650°C sous un chargement de 160 MPa (a) et 265 MPa (b) observées à plus fort grossissement.

Des cartographies EBSD ont également été réalisées sur les éprouvettes de fluage ayant rompu sous un chargement de 265 MPa et de 160 MPa à 650°C. Les déformations à rupture sont respectivement 0,5% et 4,2%. On s'attend donc à avoir des déformations moins marquées qu'en traction, tel qu'illustrées par la distribution des angles de désorientation en Figure 112. En effet, l'élargissement du pic de désorientation est moins marqué sous fluage. On peut également noter un élargissement

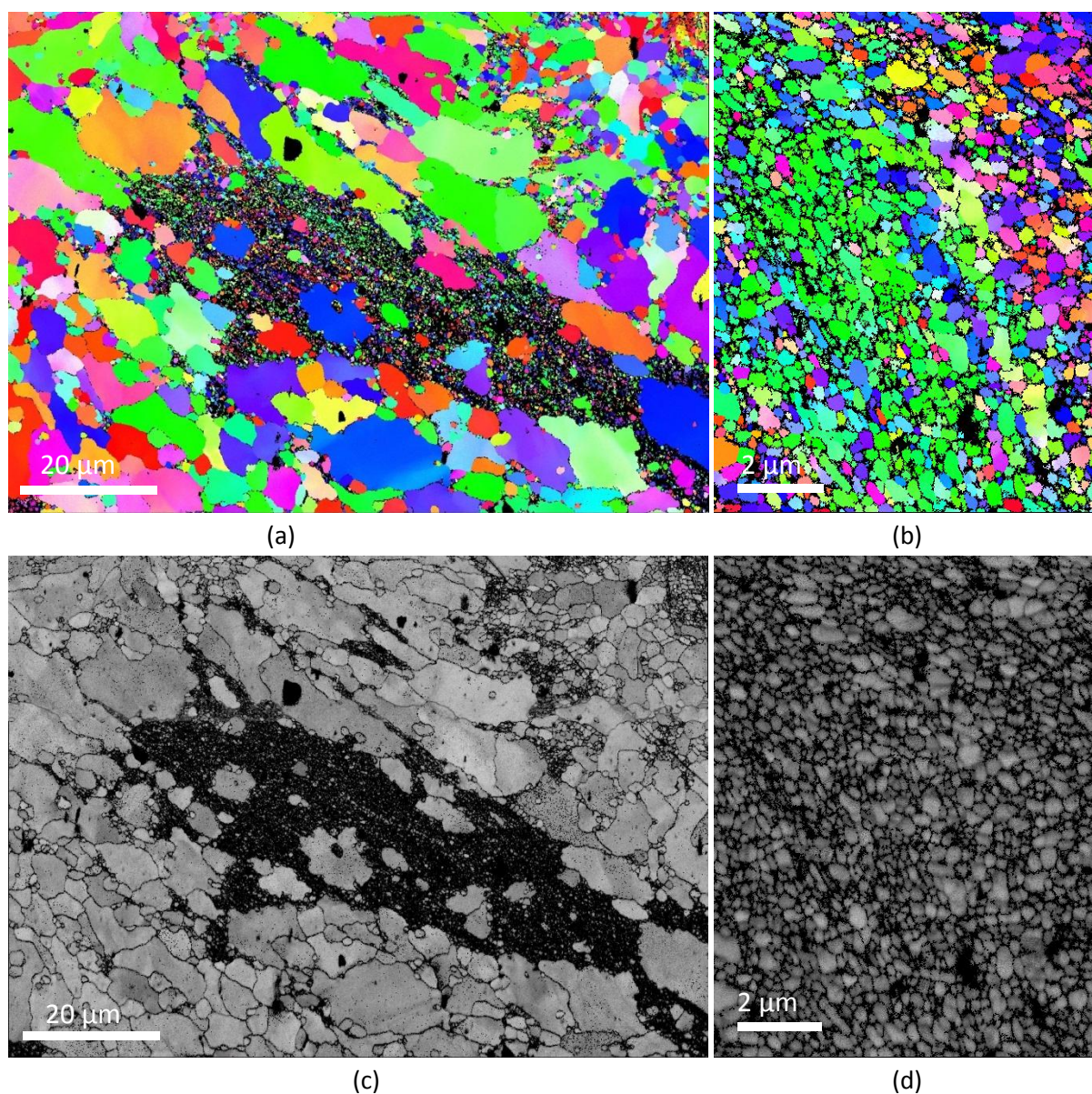
du pic de désorientation lorsque la contrainte de fluage diminue. Il est possible que cette déformation intragranulaire soit liée à une accommodation par mouvement des dislocations lors du glissement aux joints de grain.

Ces cartographies EBSD montrent une déformation intragranulaire au sein de certains gros grains ainsi que dans des grains nanométriques (Figure 113 (a) et Figure 113 (b) et Figure 114 (a)). La visualisation des microstructures par contraste de bandes confirme la présence de mécanisme de déformation intragranulaire lors du fluage (Figure 113 (c) et Figure 113 (d) et Figure 114 (b)). La cartographie EBSD de la nuance Std après fluage sous un chargement de 160 MPa montre la présence de cavités plus ou moins grossières au sein ou aux abords de zones à grains nanométriques.

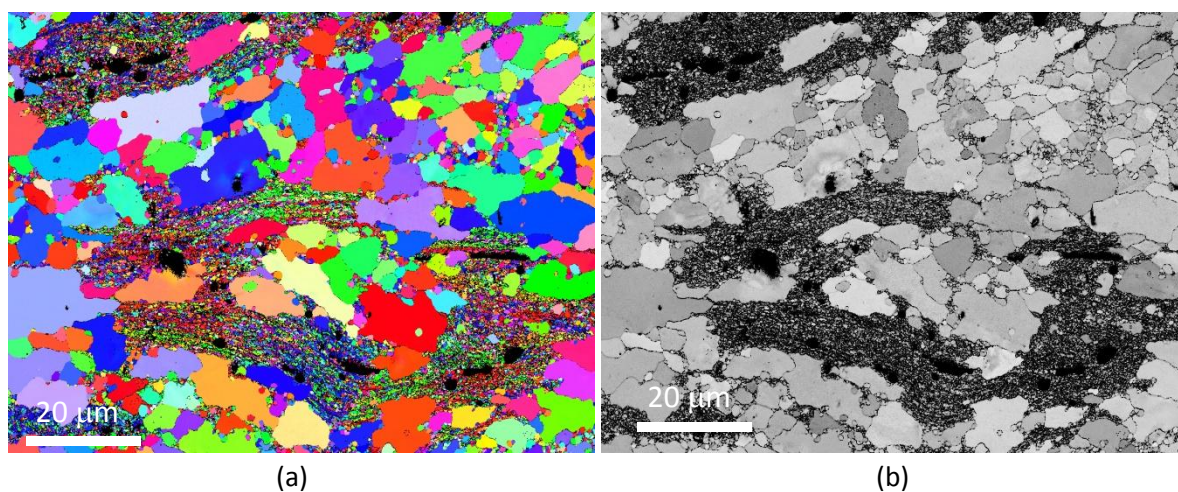


**Figure 112 :** Evaluation de la désorientation locale lors d'essai de fluage à 650°C sous un chargement de 160 MPa, de 265 MPa et comparaison avec l'état initial.





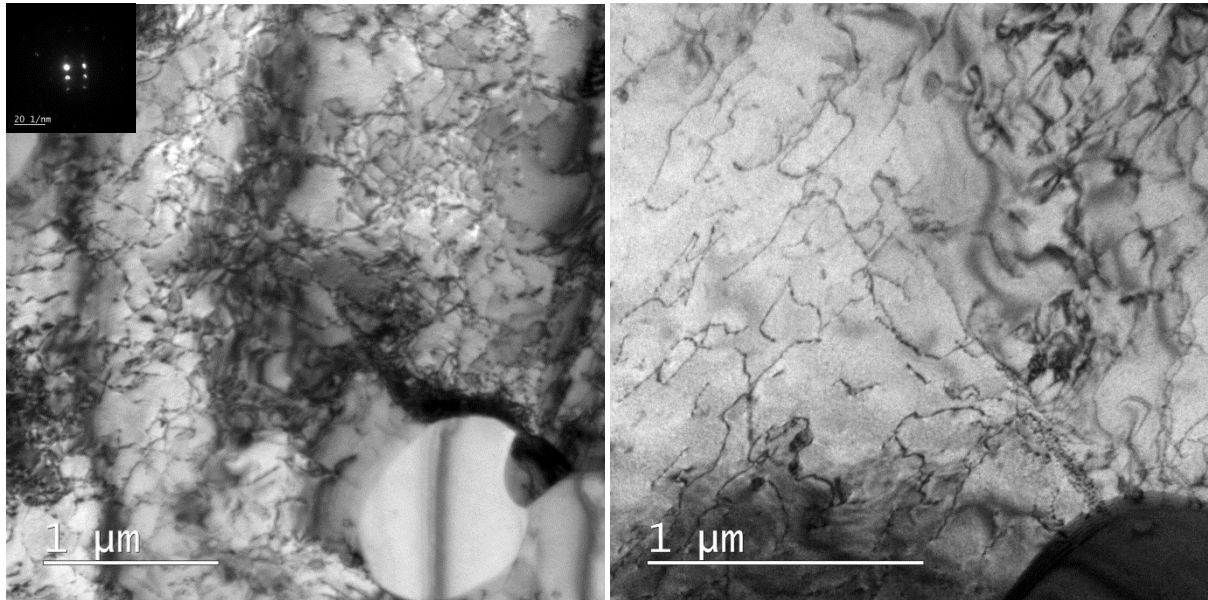
**Figure 113 :** Cartographies EBSD (a et c) et microstructures visualisées en contraste de bandes (b et d) d'une éprouvette Std testée en fluage à 650°C sous une contrainte de 265 MPa et déformée à rupture de 4,2%.



**Figure 114 :** Cartographie EBSD (a) et contraste de bandes (b) d'une éprouvette déformée de 0,5% après fluage à 650°C sous 160 MPa.



A une échelle plus fine, une forte densité de dislocations ( $\rho \geq 4.10^{14} m^{-2}$ ) est observée au sein des grains sur une éprouvette Std ayant rompu en fluage à 650°C sous une charge de 265 MPa. Ces dislocations semblent globalement garder leur aspect rectiligne. En outre, de nombreuses interactions entre les dislocations et les nanoparticules, correspondant très probablement aux points sombres ancrant les dislocations, sont suspectées en Figure 115.

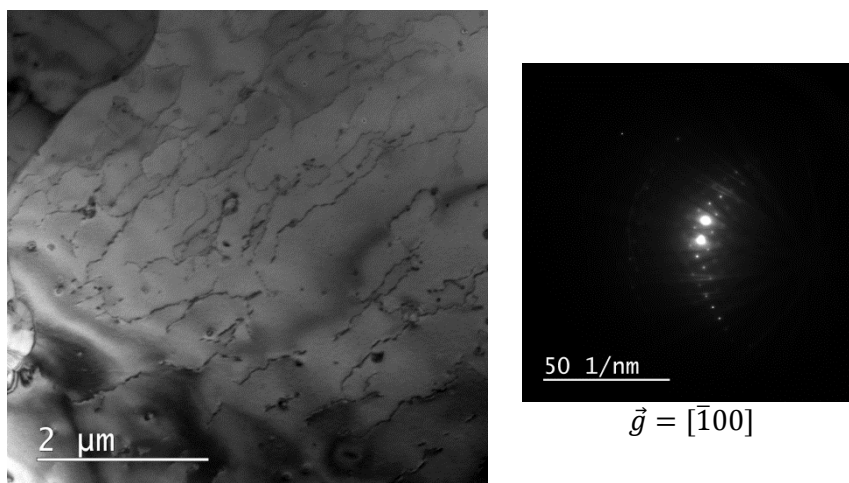


**Figure 115** : Micrographies MET illustrant la forte densité et l'ancrage de dislocations après fluage à 650°C sur la nuance Std.

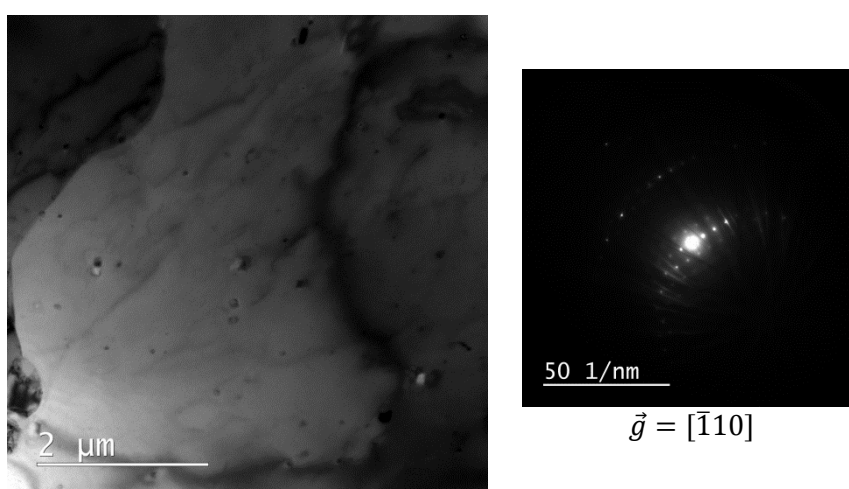
Des observations plus approfondies au MET sur ce même échantillon ont permis de déterminer le vecteur de Burgers associé aux dislocations. Pour cela, des images des dislocations au sein d'un grain ont été acquises pour différents angles de tilt. Dans les conditions de tilt pour lesquels le vecteur de diffraction est de type  $[\bar{1}00]$ , toutes les dislocations sont visibles (Figure 116). Au contraire, pour un vecteur de diffraction  $[\bar{1}10]$  une grande partie, voire la totalité, des dislocations est éteinte (Figure 117). A partir de ces observations, il est possible de remonter aux différentes possibilités de vecteurs de Burgers :

$$[\bar{1}10] \cdot [abc] = 0 \text{ si } a = b$$

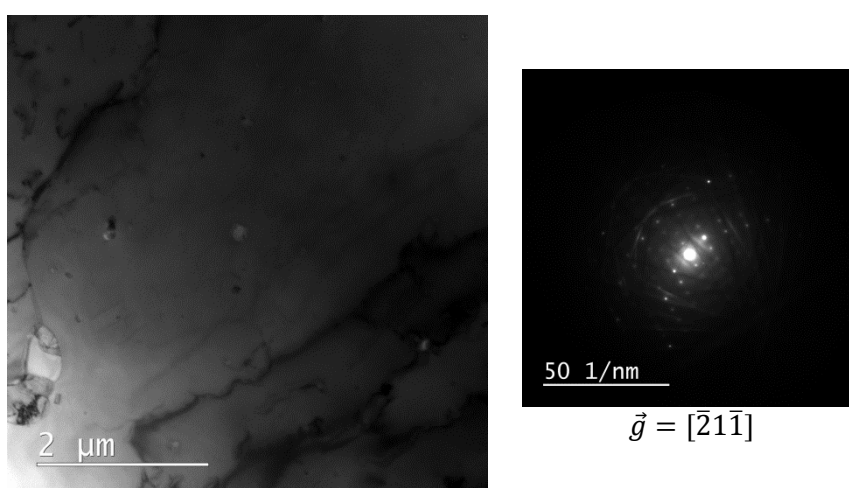
Les vecteurs de Burgers possibles sont donc  $[110]$ ,  $[111]$ ,  $[11\bar{1}]$ ,  $[112]$ , etc... Comme l'illustre la Figure 118, les dislocations sont également éteintes pour un vecteur  $\vec{g} [\bar{2}1\bar{1}]$ . Le vecteur de Burgers associé aux dislocations étudiées est donc  $[11\bar{1}]$ .



**Figure 116** : Micrographie et cliché de diffraction obtenus avec un tilt x de 2,2° et un tilt y de 3,2°.



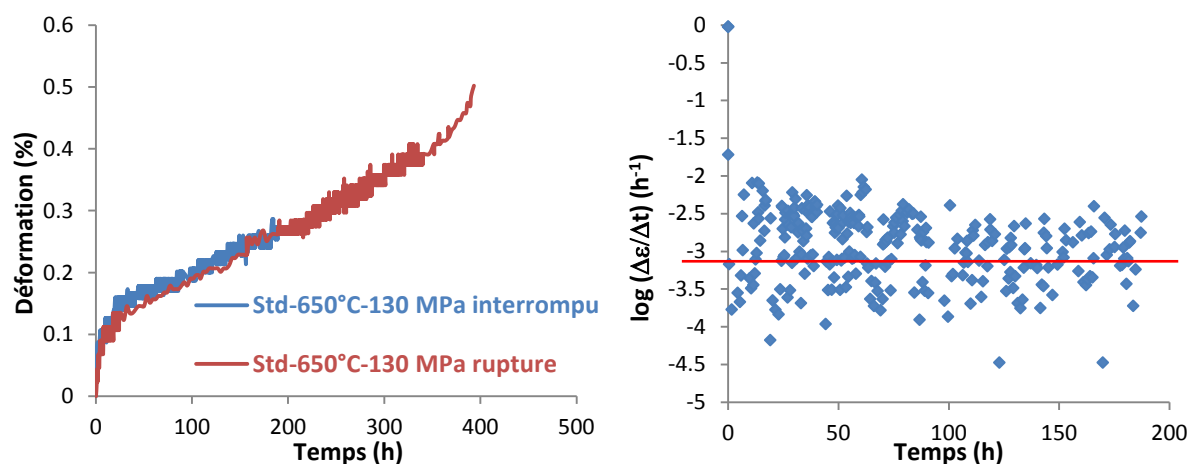
**Figure 117** : Micrographie et cliché de diffraction obtenus avec un tilt x de 1,1° et un tilt y de 10,6°.



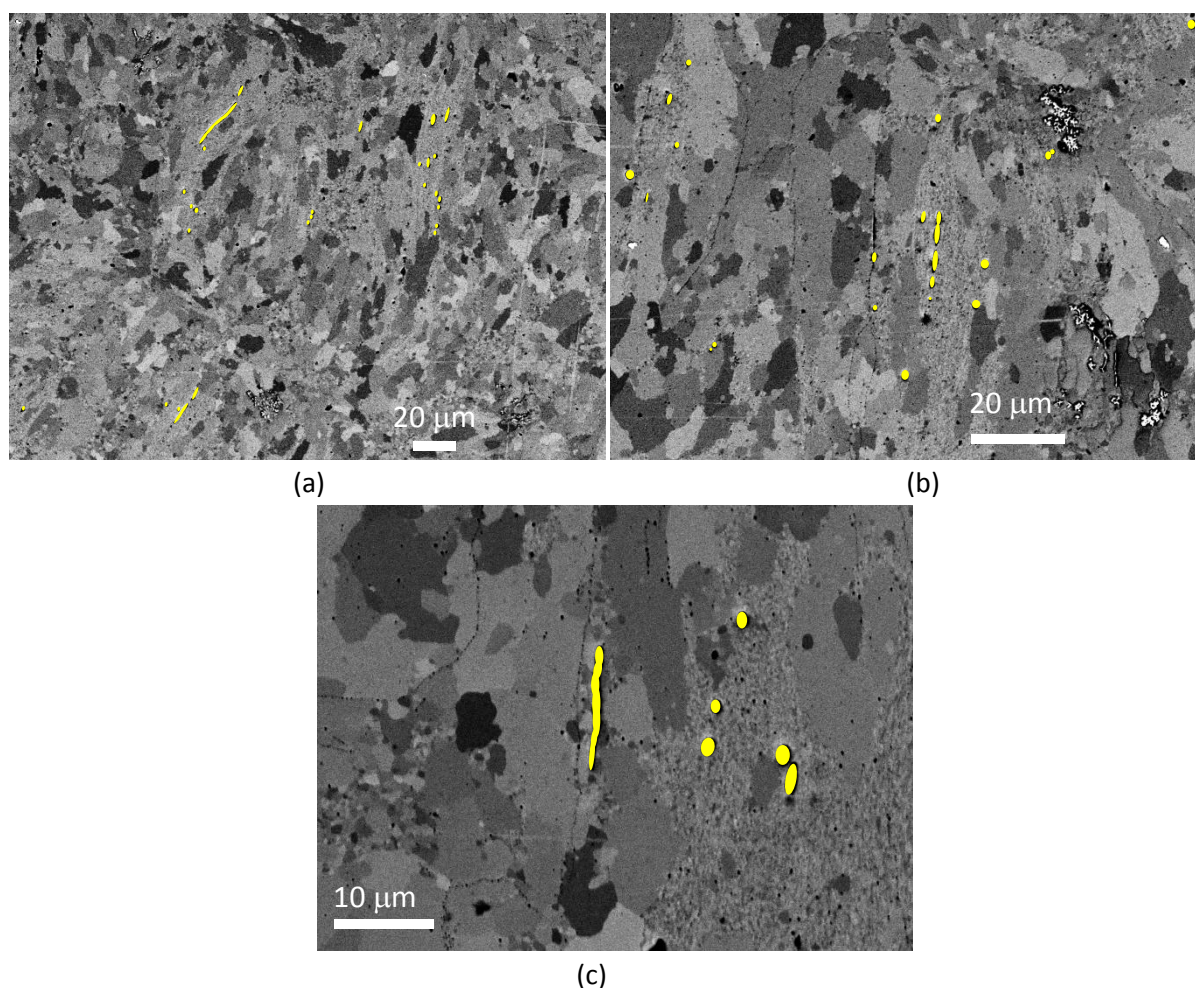
**Figure 118** : Micrographie et cliché de diffraction obtenus avec un tilt x de 14,3° et un tilt y de 12,9°.

Enfin, un essai de fluage interrompu a également été réalisé sur la nuance Std à 650°C avec un chargement sous une plus faible contrainte de 130 MPa. Les courbes de déformation en fonction du temps d'un essai mené jusqu'à rupture et d'un essai interrompu sont présentées en Figure 119 (a). Une bonne répétabilité de l'essai est observée. L'essai de fluage interrompu a été arrêté à environ 190 heures, soit durant le stade de fluage secondaire. Les observations *post mortem* au MEB montrent la présence de fissures et de cavités grossières principalement concentrées dans les zones à grains nanométriques (Figure 120), tel qu'observé précédemment sur les coupes longitudinales d'éprouvettes rompues. Ces défauts, apparaissant sous l'effet de la contrainte, ne semblent pas être concentrés au niveau des chapelets de précipités microniques.

De l'endommagement est ainsi observé durant le régime secondaire de fluage et ce malgré la présence d'un plateau stationnaire sur la courbe de vitesse en fonction du temps (Figure 119 (b)).



**Figure 119 :** Superposition des courbes de fluage à 650°C (a) et évolution de la vitesse de fluage en fonction de la durée de l'essai interrompu (b) réalisé sur la nuance Std sous un chargement de 130 MPa.



**Figure 120** : Micrographies MEB à différents grossissements de l'éprouvette de la nuance Std dont l'essai de fluage réalisé à 650°C sous 130 MPa a été interrompu durant le stade secondaire. Les zones en jaunes correspondent à des cavités formées durant l'essai de fluage.

Les mécanismes de déformation intervenant durant le stade secondaire se décomposent donc en une déformation intragranulaire au sein des gros grains et un endommagement intergranulaire principalement situé dans les zones à grains ultrafins. Toutefois, ces observations *post mortem* ne permettent pas de déterminer l'évolution des mécanismes de déformation avec la température. Nous les avons donc complétées par des observations de déformation *in situ* en MET.

### 3. Etude des mécanismes de déformation *in situ*

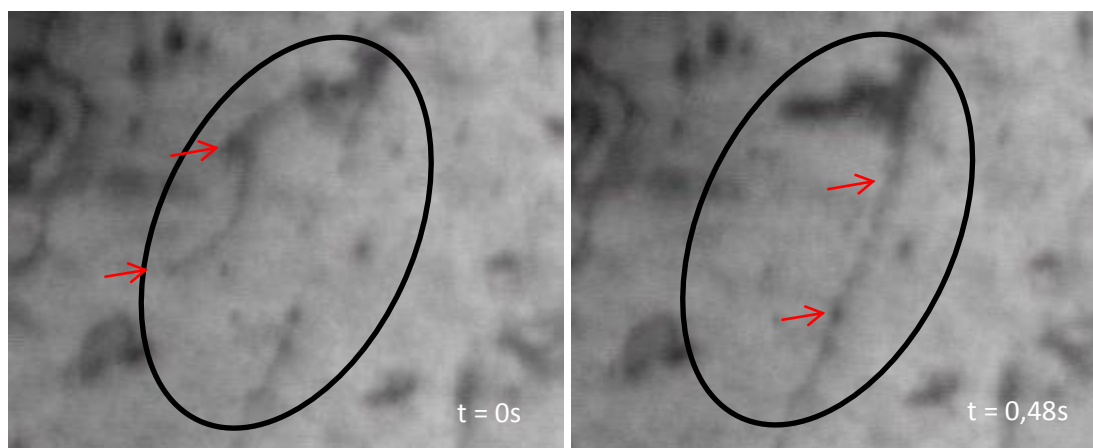
Les observations de déformation *in situ* dans un MET ont été réalisées au Centre d'Elaboration de Matériaux et d'Etudes Structurales (CEMES, Toulouse), sur un MET Jeol 2010 avec Frédéric Mompiau et Daniel Caillard.

#### 3.1. Influence de la température sur les mécanismes de déformation

L'identification de mécanismes de déformation peut être obtenue grâce à des observations *in situ* du mouvement des dislocations par MET. Les essais ont été réalisés sur des nuances ODS modèles (Std, Rc et FoR) et sur la nuance dépourvue de renforts (NR).

### 3.1.1. Comportement à basse température d'aciers ODS (20°C à 400°C)

Pour des températures comprises entre l'ambiante et 400°C, on retrouve les mêmes caractéristiques de mouvements de dislocations mis en évidence par M. Praud sur des aciers ferritiques/martensitiques renforcés par une dispersion d'oxydes [37, 254]. Les dislocations sont plutôt rectilignes et allongées selon leur direction vis. Le mouvement des dislocations à basse température des différentes nuances ODS modèles est très saccadé, laissant des traces de glissement. Les dislocations ancrées sur les nanoparticules se libèrent dès que la contrainte imposée est assez importante. Comme l'illustre la Figure 121, le mouvement est généralement suivi d'un ré-ancrage des dislocations sur les nanoparticules, le temps de glissement entre points d'ancrage est très rapide. Ainsi, la plasticité est principalement intragranulaire. La présence d'empilements de dislocations ainsi que l'activation de sources de dislocations intragranulaires ont également été constatées. Quelques amorces de fissures intra- et intergranulaires sont tout de même observées à 400°C sur chacune des nuances.



**Figure 121 :** Mouvement saccadé d'une dislocation puis ancrage sur la précipitation d'un acier ODS modèle. Les flèches rouges illustrent les points d'ancrage.

### 3.1.2. Comportement à des températures intermédiaires (400°C à 600°C)

Pour des températures supérieures à 400°C, le mouvement des dislocations des nuances Std et Rc reste saccadé avec un fort ancrage des dislocations par les nanoparticules. Une compétition entre des mécanismes intragranulaires et intergranulaires est également observée de par l'apparition de petites fissures le long des joints des grains.

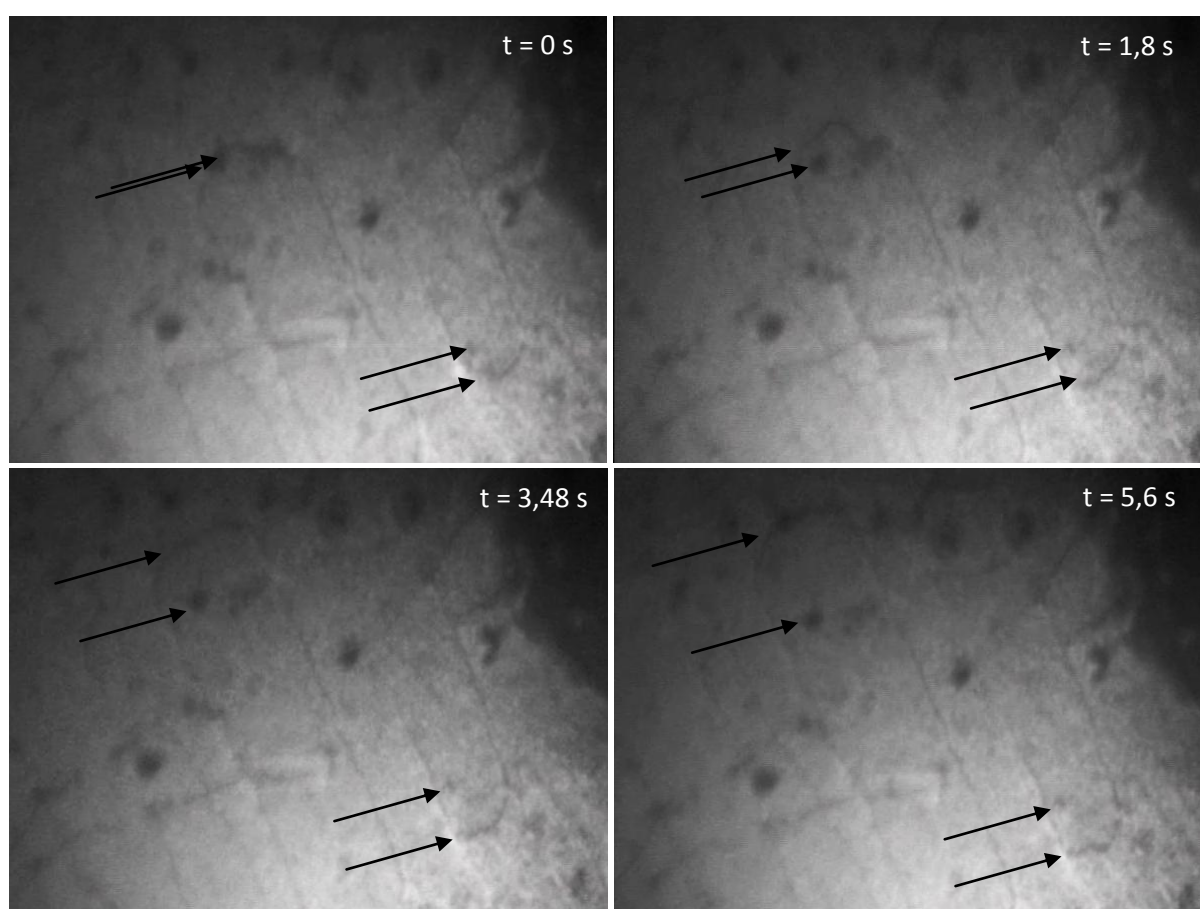
En ce qui concerne la nuance Rc, la présence de bouffées de dislocations, caractéristique d'un vieillissement dynamique, a été observée pour des températures comprises entre 400°C et 550°C. Ce domaine de vieillissement dynamique avait été suspecté par M. Praud [37] sur la nuance Std sans pour autant l'avoir clairement mis en évidence. En effet, les mouvements de dislocations observés sur la nuance Std semblaient toujours saccadés à 500°C. A 575°C, des mouvements lents et des mouvements rapides ont été observés simultanément au sein d'un même grain. Enfin, à 580°C, le mouvement des dislocations est devenu visqueux, continu. Ces résultats suggéreraient l'existence de vieillissement dynamique débutant vers 500°C et se terminant vers 580-600°C. Des observations complémentaires à 500°C sur la nuance Std mettent en évidence une transition entre les mécanismes à basses températures et le vieillissement dynamique, caractérisé par la présence simultanée de mouvements de dislocations saccadés et de petites bouffées de dislocations. Enfin, l'acier FoR ne manifeste aucun signe de début de vieillissement dynamique à 550°C. On peut penser que le domaine de vieillissement dynamique soit décalé et restreint vers les plus hautes températures



lorsque l'on augmente la fraction volumique et/ou lorsque la taille de grain diminue. Dans le but d'identifier l'origine exacte (effet taille de grain ou effet fraction volumique), il serait intéressant d'étudier le domaine de vieillissement dynamique de nuances telles que l'acier FaR.

### 3.1.3. Comportement à haute température (> 600°C)

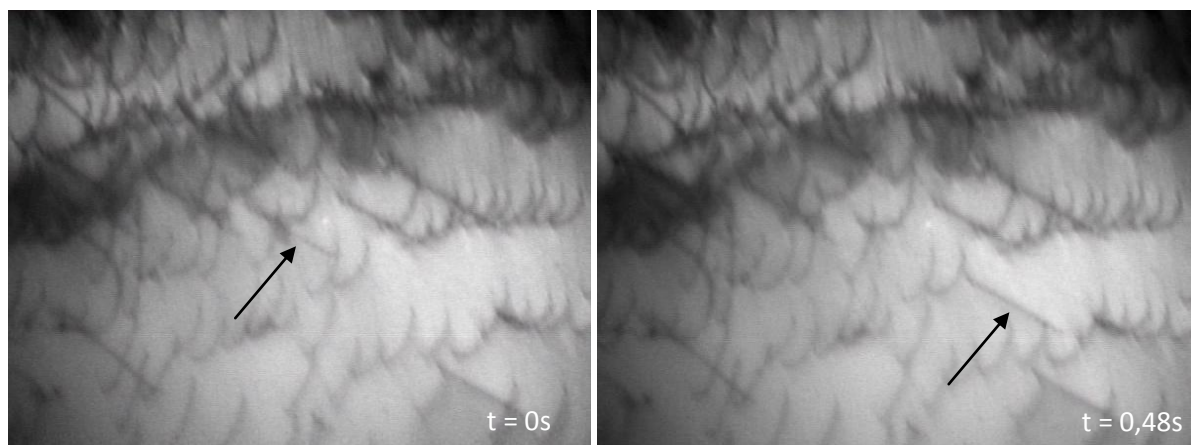
Malgré une dégradation rapide (oxydation) de la surface de l'échantillon, quelques observations à haute température ont pu être faites sur matériau ODS (nuance Std). Le mouvement intragranulaire des dislocations d'une nuance ODS est continu pour des températures supérieures à 600°C, laissant place à des mécanismes de franchissement de particules par montée/glisement dévié de la dislocation (Figure 122). Aux hautes températures, les dislocations sont plus ou moins courbées. Ces mécanismes de déformation thermiquement activés sont accompagnés de glissement au niveau des joints de grain.



**Figure 122** : Illustration du mouvement fluide de dislocations à 650°C sur la nuance Std.

### 3.1.4. Comportement d'un acier non renforcé entre l'ambiante et 600°C

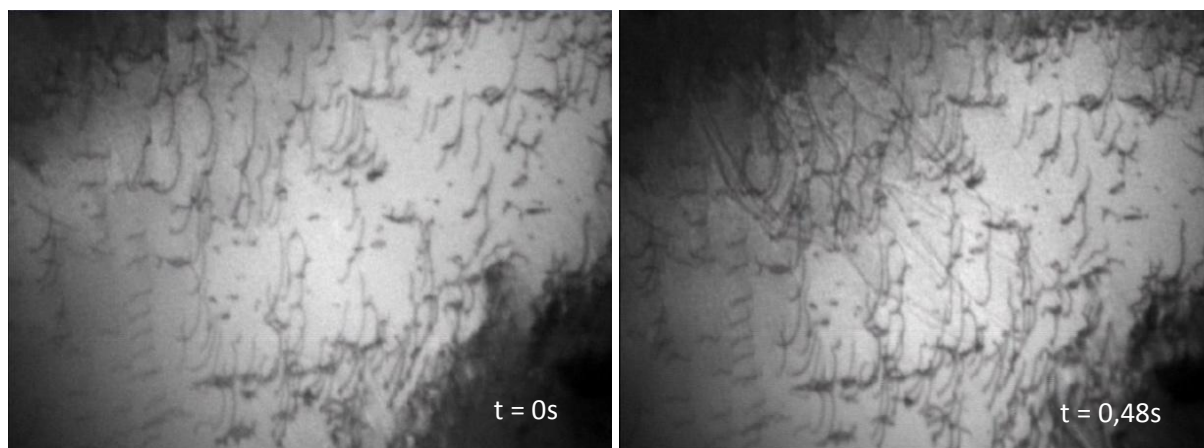
Malgré l'absence d'une fine précipitation, la nuance modèle NR exhibe à basse température (entre l'ambiante et 200°C) un comportement similaire à celui des nuances renforcées, avec des mouvements de dislocations saccadés (Figure 123). Il est toutefois possible de noter une courbure un peu plus importante des dislocations présentes dans la nuance NR. Du vieillissement dynamique a aussi été détecté (Figure 124). Le début du domaine de vieillissement dynamique de la nuance NR est observé pour des températures comprises entre 200 et 300°C, ce qui est en accord avec les observations de Caillard [249].



**Figure 123 :** Mouvement de la partie vis d'une dislocation observé pour la nuance NR. Les autres dislocations ne semblent pas avoir bougé.

Du fait d'un mouvement mixte de dislocations (mouvement saccadé et mouvement fluide), la fin du vieillissement dynamique semble se situer vers 500°C. Enfin, un mouvement continu des dislocations est observé à 550°C. La différence entre les gammes de températures obtenues sur les aciers Std et NR pourrait être liée à la présence des nanoparticules qui ralentissent le mouvement des dislocations.

Enfin à 600°C, du glissement aux joints de grain, probablement favorisé par l'oxydation en surface, a été observé.



**Figure 124 :** Bouffée de dislocation observée à 450°C sur la nuance NR.

De manière générale, nous pouvons tirer de nos observations que l'apport des renforts ne semble pas influencer la nature des mécanismes de déformation, et plus particulièrement les mouvements des dislocations observés. Par contre, les températures de transition entre différents mécanismes (mouvement de dislocations saccadé/vieillissement dynamique/mouvement de dislocations fluide) semblent différer selon le taux de renforts.

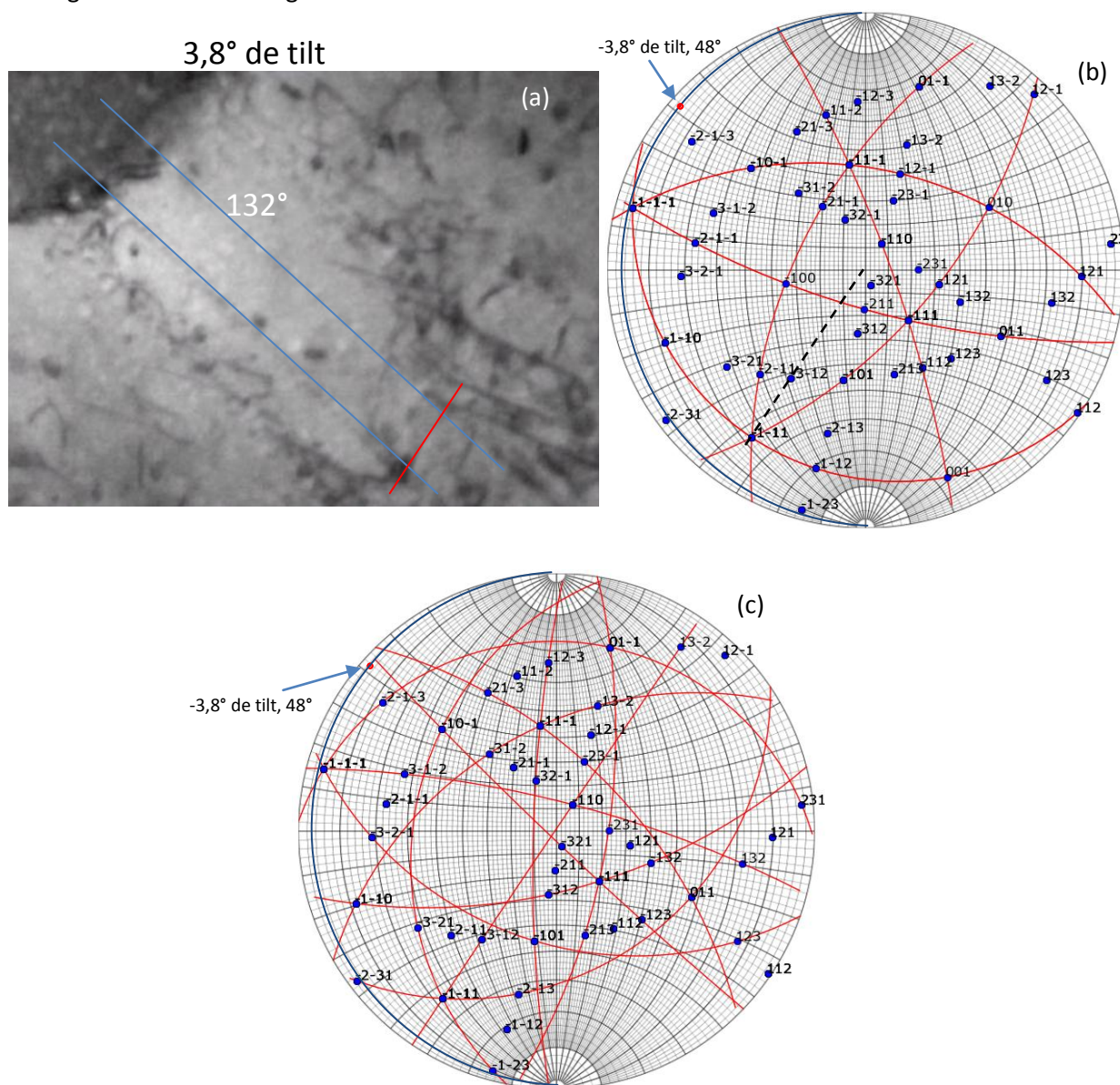
### 3.2. Identification des plans de glissement et du vecteur de Burgers associé

Pour les matériaux de structure cubique centrée, les plans de glissement souvent proposés sont de type  $\{110\}$  ou  $\{112\}$  et le vecteur de Burgers des dislocations est principalement de type  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ .

### 3.2.1. Plan de glissement à différentes températures d'aciers ODS

Les premières expériences ont été menées à 400°C sur la nuance modèle Std. Comme souligné précédemment, le mouvement des dislocations reste globalement saccadé du fait d'un fort ancrage des dislocations sur les nanoparticules. Les mécanismes de déformation étant similaires à ceux observés à température ambiante, on peut penser que les plans de glissement déterminés à 400°C sont les mêmes qu'à température ambiante.

Sur l'image en champ clair, acquise avec un angle de tilt de 3,8° (Figure 125 (a)), les traces d'intersection entre les plans de glissement et la surface de la lame sont surlignées en bleu. L'angle entre l'axe de tilt principal (ici l'axe vertical) et les traces est mesuré : 132° (ou son complémentaire 48°). Afin de se remettre dans les conditions d'imagerie, la projection stéréographique reconstruite à partir de la méthode présentée en annexe 9 (Figure 184) est tiltée de 3,8°. La trace du plan de la lame, représenté par l'arc de cercle bleu sur la Figure 125 (b), se retrouve ainsi à -3,8° de tilt sur l'abaque de Wulff. Le plan de glissement correspond au plan interceptant la trace du plan de la lame à l'angle mesuré sur l'image.



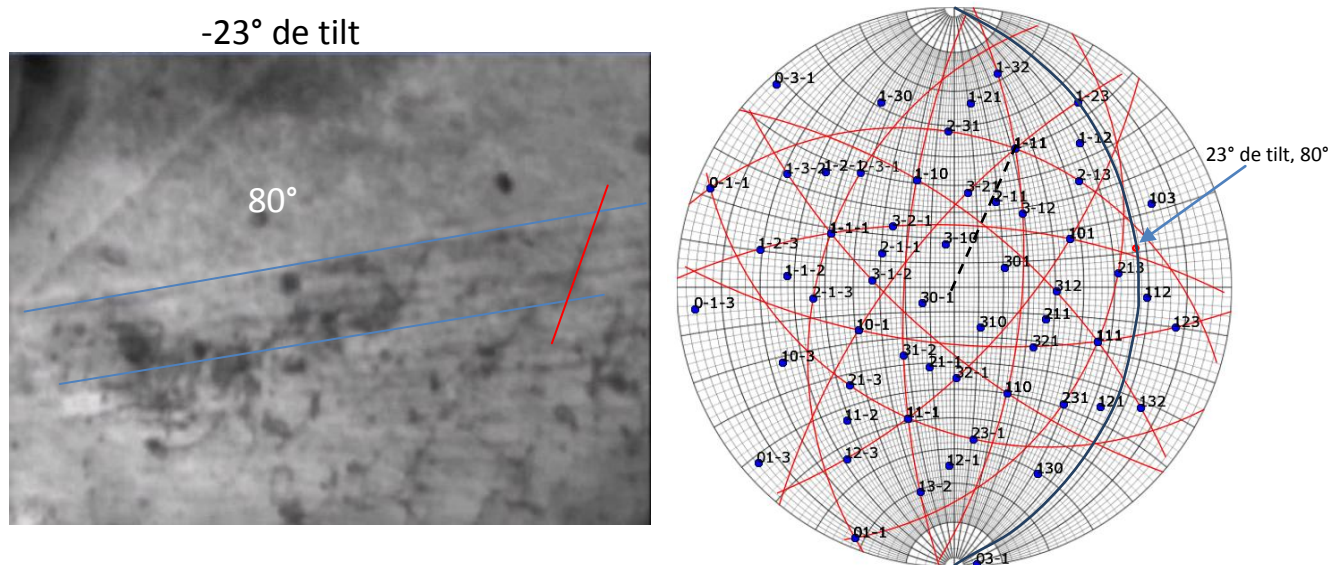
**Figure 125 :** Image MET des traces du plan de glissement au sein d'un grain de la nuance Std à 400°C (a) et projections stéréographiques à 3,8° de tilt (b,c). Les plans {110}(b) et {112}(c) sont tracés en rouge. Le trait en pointillés noirs (b) correspond au vecteur de Burgers de type  $\langle 111 \rangle$  des dislocations étudiées.



Une distance importante entre les plans de type  $\{110\}$  et la position correspondant à la trace du plan incliné de  $3,8^\circ$  à un angle de  $132^\circ$  (ou son complémentaire  $48^\circ$ ) est notée. Deux possibilités de plan de glissement de type  $\{112\}$  sont observées en Figure 125 (c) : le plan (12-1) et le plan (-2-11). Le vecteur de Burgers est déterminé à partir de la trace de la dislocation vis interceptant la lame (surlignée en rouge sur la Figure 125 (a)). Le vecteur de Burgers est associé à une direction, partant du centre du cristal (centre de l'abaque), orientée selon la direction de la trace de la dislocation vis et interceptant le plan de glissement déterminé. Dans le cas du grain étudié, les directions  $\langle 111 \rangle$  présentes sur les plans de glissements de type  $\{112\}$  sont :  $[-111]$  et  $[-11-1]$ . Or, aucune de ces deux directions ne présentent une direction parallèle à la trace de la dislocation vis. A l'inverse, il apparaît que la direction  $[-1-11]$ , présente sur le plan (-110), semble présenter une direction parallèle à la trace de la dislocation. Il est difficile de conclure dans ce cas.

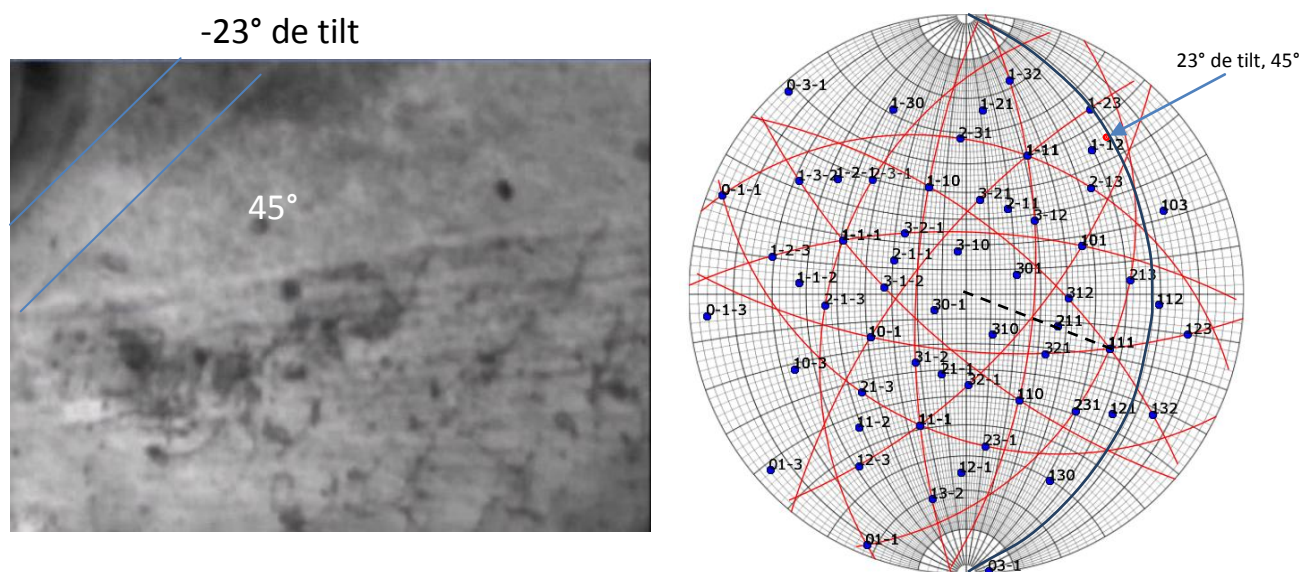
Un second grain a été étudié à  $400^\circ\text{C}$ . L'orientation du grain a été déterminée à partir de la même méthode que précédemment (Figure 185, Annexe 9).

Les plans de glissement, correspondant aux traces orientées à  $80^\circ$  (ou son complémentaire  $100^\circ$ ) visibles sur la Figure 126, ont été étudiés. Trois plans de glissement sont possibles : le plan de glissement (12-1), le plan de glissement (2-1-1) et le plan de glissement (21-1). La Figure 126 montre que seul le plan de glissement (21-1) présente un vecteur de Burgers de type  $\langle 111 \rangle$ , en accord avec le caractère vis supposé des dislocations. Le vecteur de Burgers correspondant est alors  $[1-11]$ .



**Figure 126** : Image MET des traces du plan de glissement au sein d'un second grain de la nuance Std à  $400^\circ\text{C}$  et projection stéréographique à  $-23^\circ$  de tilt. Les plans  $\{112\}$  sont tracés en rouge. Le trait en pointillés noirs correspond au vecteur de Burgers de type  $\langle 111 \rangle$  des dislocations étudiées.

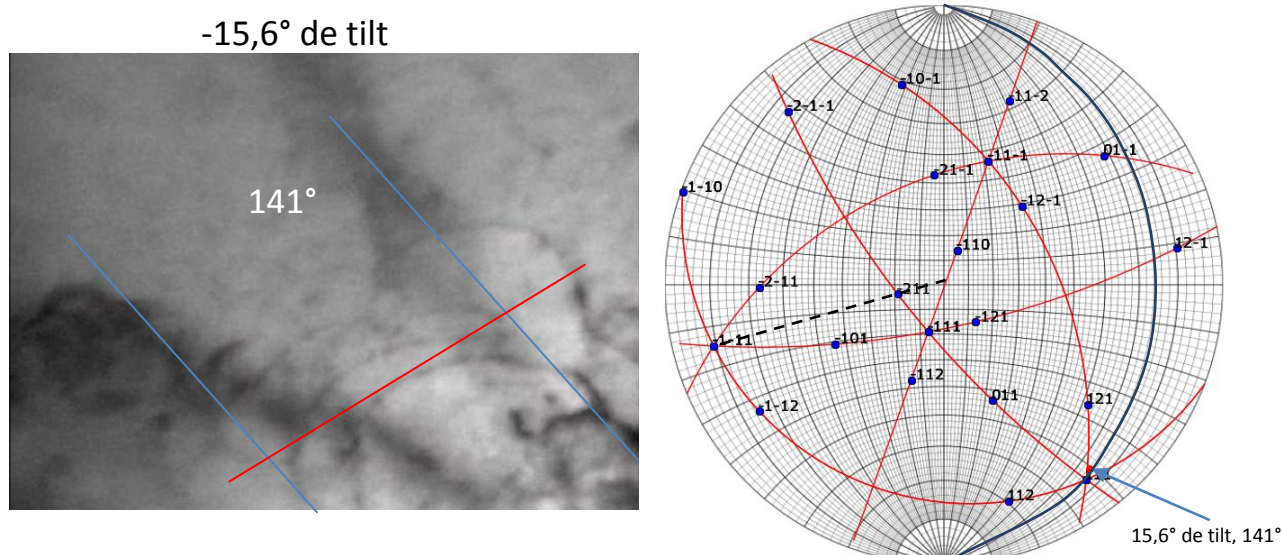
Un second plan de glissement, inclinées à  $45^\circ$  (ou son complémentaire  $145^\circ$ ), semble visible sur la Figure 127. Le plan de glissement associé est le plan (2-1-1). Le vecteur de Burgers  $[111]$  semble être le plus cohérent avec d'éventuelles traces de dislocations vis, non visibles sur la Figure 127.



**Figure 127** : Image MET des traces du plan de glissement au sein d'un second grain de la nuance Std à 400°C et projection stéréographique à -23° de tilt. Les plans {112} sont tracés en rouge. Le trait en pointillés noirs correspond au vecteur de Burgers de type <111> des dislocations étudiées.

Des expériences de MET *in situ* ont aussi été réalisées à 600°C. Les traces de glissement observées dans un grain ont été analysées. En suivant la méthode de dépouillement (Figure 186, Annexe 9), il apparaît que, pour le grain observé, le glissement se produit dans un plan de type {110} (Figure 128), toutefois trois plans sont possibles : (-110), (-101) et (01-1).

A cette température, les dislocations présentent des courbures, la méthode précédente n'est donc pas directement applicable. En supposant que la courbure des dislocations est très peu prononcée, il apparaîtrait alors que des dislocations de vecteur de Burgers [-1-11] se déplaçant dans le plan de glissement (-110) serait le plus cohérent.

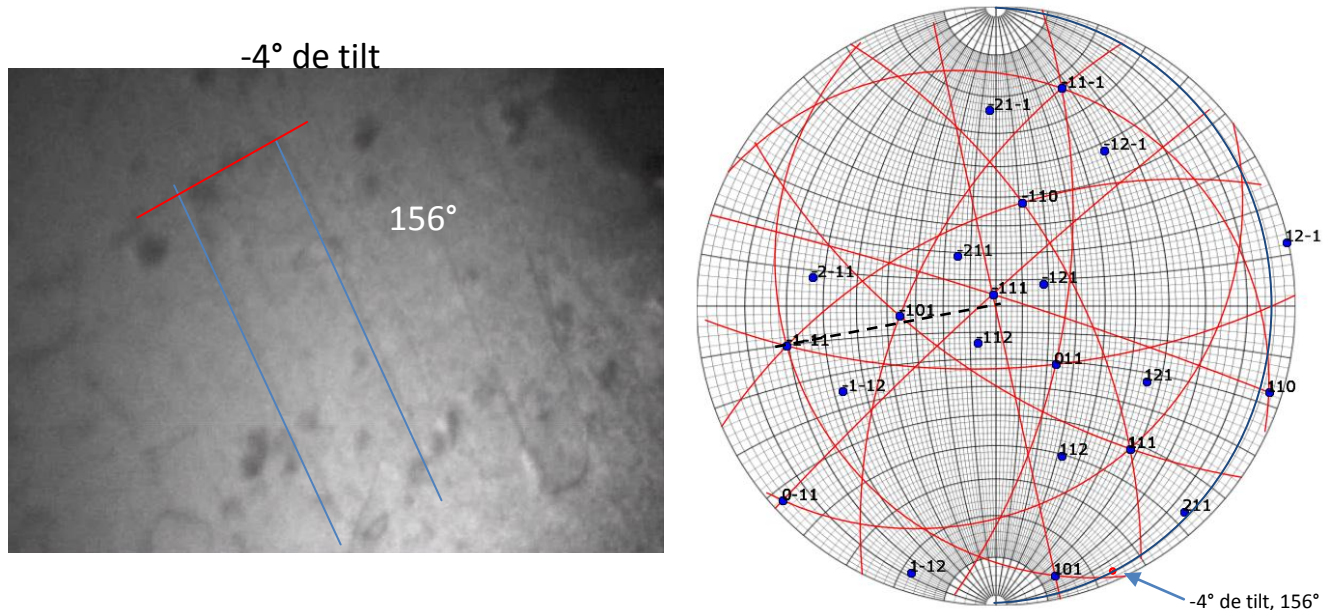


**Figure 128** : Image MET des traces du plan de glissement au sein d'un grain de la nuance Std étudié à 600°C et projection stéréographique à -15,6° de tilt. Les plans {110} sont tracés en rouge.

Le mouvement intragranulaire de dislocations a également été étudié à 650°C. La Figure 187, présentée en annexe 9, correspond à l'indexation du grain étudié. Comme l'illustre la Figure 129, des



dislocations ont glissé dans le plan  $(-121)$  et ont pour vecteur de Burgers  $[-1-11]$ . Il est toutefois à noter que le caractère assez rectiligne de ces dislocations à haute température est assez surprenant.

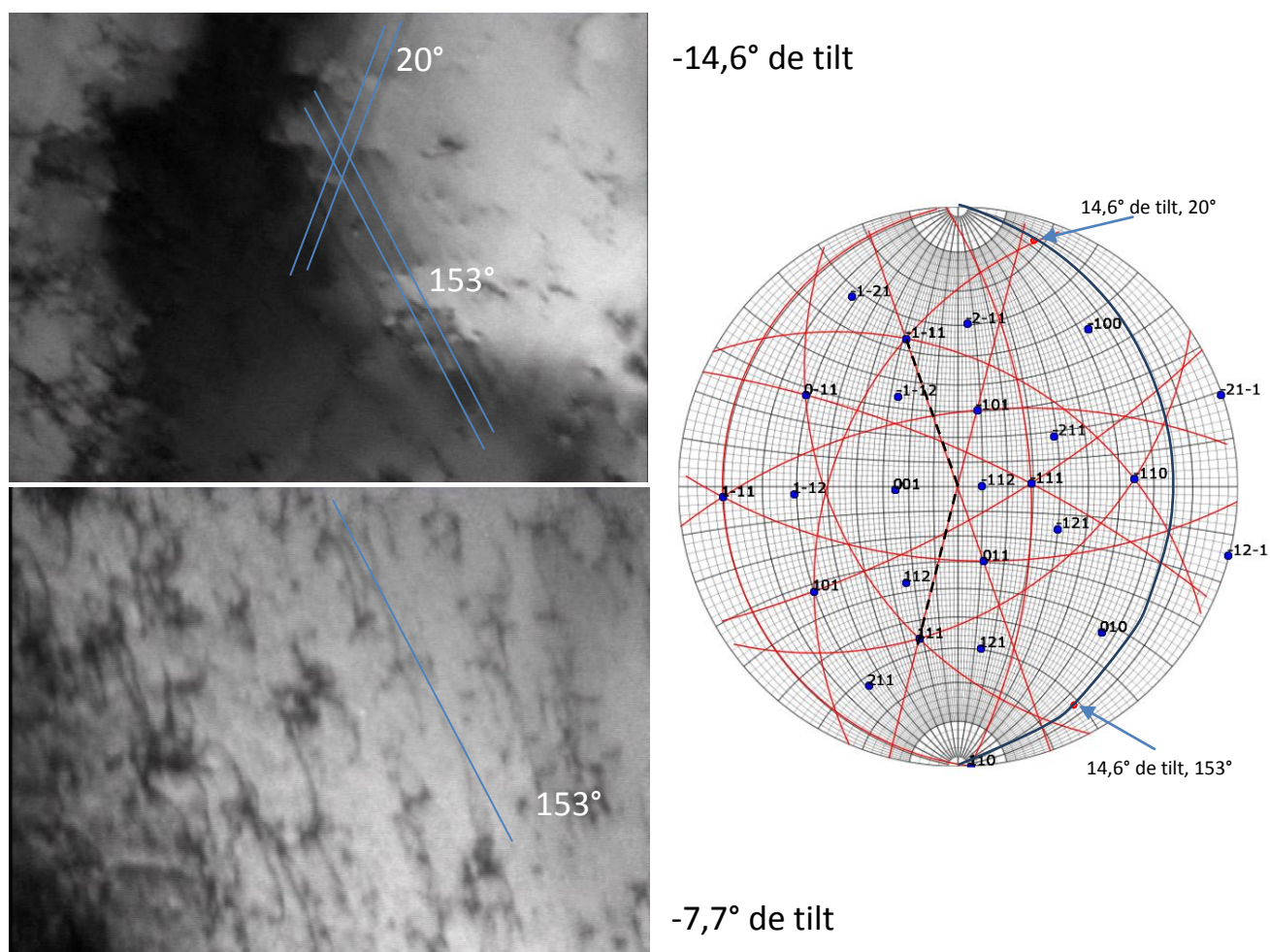


**Figure 129** : Image MET des traces du plan de glissement au sein d'un grain de la nuance Std à 650°C et projection stéréographique à -4° de tilt. Les plans  $\{112\}$  sont tracés en rouge. Le trait en pointillés noirs correspond au vecteur de Burgers de type  $\langle 111 \rangle$  des dislocations étudiées.

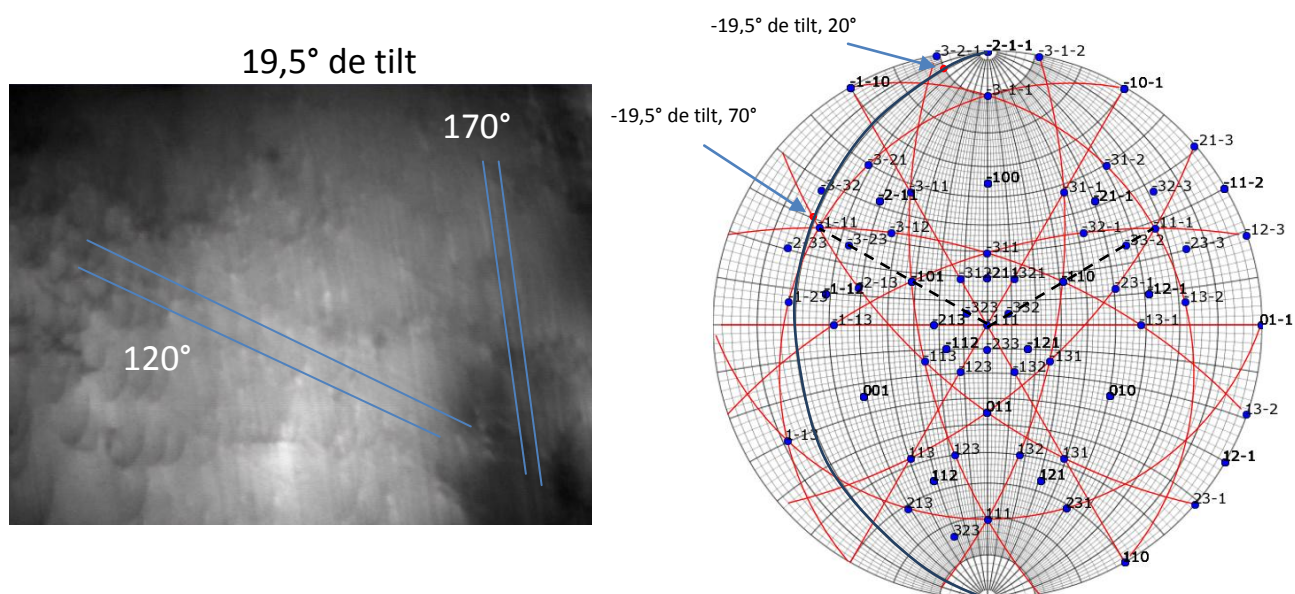
Une analyse des plans de glissements des dislocations a été menée à différentes températures. A 400°C, le glissement de dislocations au sein d'un acier ODS se produit dans les plans  $(112)$ . A 600°C, des dislocations glissant dans les plans  $(110)$  ont été notées. Enfin, du glissement dans les plans  $(112)$  a aussi été observé à 650°C. Ainsi, les mêmes plans de glissement sont observés entre l'ambiante et 650°C, il n'y a apparemment pas d'effet de la température.

### 3.2.2. Plan de glissement à différentes températures d'un acier Fe-14Cr

Les plans de glissement d'un acier Fe-14Cr totalement dépourvu de renforts ont également été déterminés à différentes températures. A température ambiante, le grain étudié par MET *in situ* présente deux plans de glissement : un plan  $(-12-1)$  incliné de 20° (ou son complémentaire 170°) avec un vecteur de Burgers  $[111]$  et un plan  $(-21-1)$  incliné de 153° (ou son complémentaire 37°) avec un vecteur de Burgers  $[-1-11]$  (Figure 130). A 400°C, l'étude d'un grain a également mis en évidence deux plans de glissement inclinés à 120° (ou son complémentaire 70°) et à 170° (ou son complémentaire 20°). A 120° (ou son complémentaire 70°), la dislocation vis est alignée avec le plan de glissement (Figure 131). Trois possibilités de plan de glissement sont trouvées :  $(112)$ ,  $(-121)$  ou encore  $(-21-1)$  avec pour même vecteur de Burgers le vecteur  $[-1-11]$ . A 170° (ou son complémentaire 20°), le plan de glissement est  $(-112)$  avec un vecteur de Burgers qui semblerait être  $[-11-1]$  (Figure 131).



**Figure 130 :** Images MET des traces du plan de glissement et orientations des dislocations au sein d'un grain de la nuance NR observé à température ambiante et projection stéréographique à  $-14,6^\circ$  de tilt. Les plans  $\{112\}$  sont tracés en rouge. Les traits en pointillés noirs correspondent au vecteur de Burgers de type  $\langle 111 \rangle$  des dislocations étudiées. La seconde micrographie tiltée de  $-7,7^\circ$  permet de déterminer la direction du vecteur de Burgers des dislocations glissant dans le plan incliné de  $153^\circ$ .



**Figure 131 :** Image MET des traces du plan de glissement au sein d'un grain de la nuance NR observé à  $400^\circ\text{C}$  et projection stéréographique à  $-14,6^\circ$  de tilt. Les plans  $\{112\}$  sont tracés en rouge. Les traits en pointillés noirs correspondent au vecteur de Burgers de type  $\langle 111 \rangle$  des dislocations étudiées.

#### 4. Etude des mécanismes intragranulaires par nano-indentation

Dans le but d'identifier les éventuelles différences de mécanismes de déformation entre les grains nanométriques et les gros grains, des mesures de nano-indentation ont été réalisées à température ambiante par Stéphane Urvoy (SRMA/LA2M) sur la nuance Std. Dans un premier temps, une large plage microstructurale (1 mm de longueur et 0,5 mm de largeur), sélectionnée aléatoirement, a été délimitée à l'aide de trois empreintes grossières de dureté. Un diaporama de la microstructure de cette zone a été réalisé en MEB afin d'identifier les zones idéales à cartographier en nano-indentation ainsi que leurs coordonnées par rapport à une des trois empreintes grossières. Les différentes mesures de nano-indentation ont été effectuées sous trois cycles de chargement (1, 2 puis 3 mN). Sous une charge de 1 mN, on observe deux familles de dureté, représentant d'une part la dureté des gros grains ( $\approx 10\ \mu\text{m}$ ) et d'autre part celle des petits grains ( $< 1\ \mu\text{m}$ ). Ces deux familles de dureté semblent se rapprocher sous une charge plus importante, jusqu'à être quasiment confondues sous un chargement de 3 mN (Figure 132).

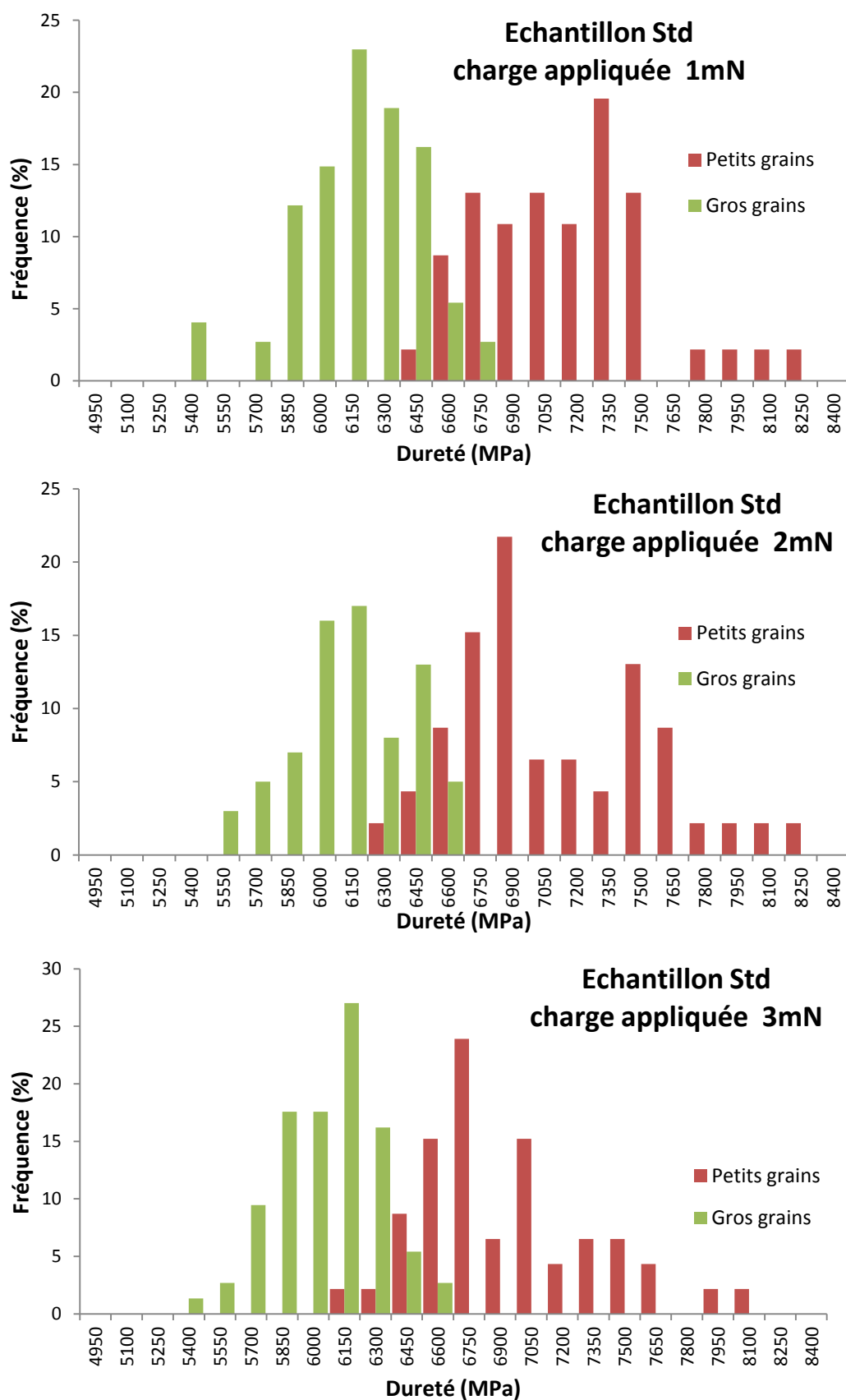
La dureté moyenne d'indentation  $H_{IT}$  des gros grains, calculée à partir des données obtenues sous une charge de 1 mN, est de 6166 MPa contre 7161 MPa pour les grains ultrafins. En s'appuyant sur les observations de l'état de précipitation dans les gros et les petits grains faites au MET-HAADF (Figure 64), cette différence ne serait pas liée à la précipitation. Les empreintes faisant environ 500 nm sous un chargement de 1 mN, la dureté mesurée au sein des gros grains ne devrait pas prendre en compte l'effet des joints de grain, ce qui n'est pas le cas des grains nanométriques (250 nm). Il est possible que les 1000 MPa de différence proviennent d'une « backstress » générée par les joints de grain.

Afin de vérifier cette hypothèse, des analyses plus approfondies des résultats ont été menées (Figure 133). En prenant la dureté d'indentation  $H_{IT}$  de grains de taille micronique (3 à 6  $\mu\text{m}$ ), une valeur moyenne égale à 6175 MPa est obtenue. La taille d'empreintes sous un chargement de 1 mN étant égale à 0,5  $\mu\text{m}$ , la zone affectée après l'indent est égal à 5 fois la taille de l'empreinte, soit 2,5  $\mu\text{m}$ . Ainsi, on peut considérer que la valeur de dureté est purement intragranulaire car la taille de grain est plus importante.

Dans le cas d'indentations de type Berkovich, la distance entre deux empreintes préconisées afin d'éviter toutes altérations entre les champs de déformation plastique équivaut à 5 fois le diamètre de l'empreinte [235]. Les empreintes faisant 0,5  $\mu\text{m}$  sous un chargement de 1 mN, la zone de déformation maximale correspond donc à un cercle de diamètre égal à 2,5  $\mu\text{m}$  et centré sur l'empreinte. Les empreintes analysées pour des tailles de grains plus fortes sont donc purement intragranulaires. Lorsque les indents réalisées sous un chargement de 1 mN au sein d'un gros grain sont traités en fonction de leur position - centre ou périphérie du grain (Figure 134) – la différence de dureté d'indentation  $H_{IT}$  observée entre le centre et la périphérie du grain est toutefois trop faible pour visualiser clairement un effet du joint de grains (Tableau 18). Cependant, la valeur moyenne en bord de grain est légèrement supérieure, ce qui serait cohérent avec un effet de taille de grain.

Ces traitements de données montrent que la différence de dureté d'indentation entre les gros grains et les grains nanométriques pourrait provenir d'un effet des joints de grain.





**Figure 132 :** Comparaison de la distribution de dureté mesurée au sein des grains nanométriques et des grains microniques sous trois chargement différents : 1 mN, 2 mN et 3 mN.

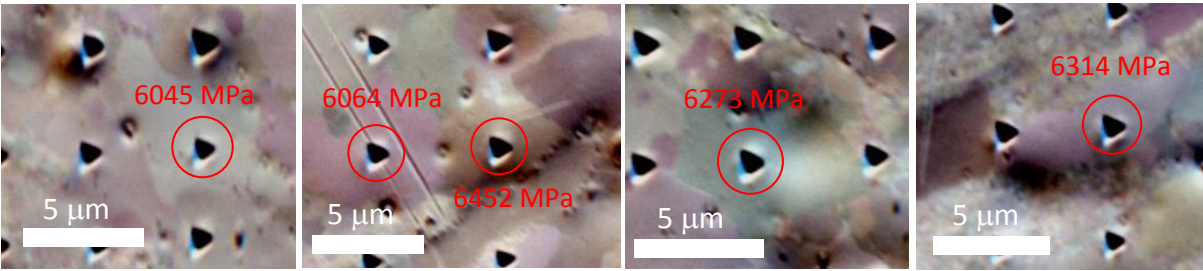


Figure 133 : Dureté Hit mesurée pour des grains microniques (entre 3 et 6 µm)

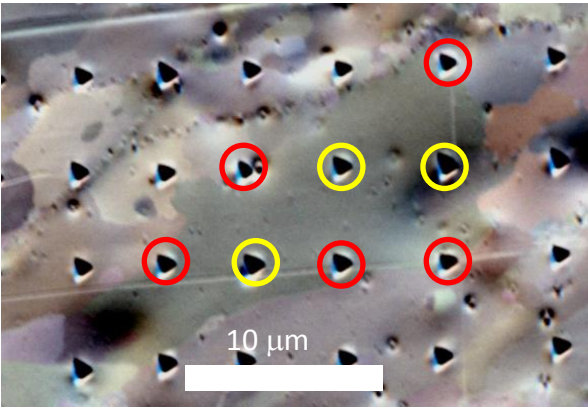


Figure 134 : Micrographie électronique en mode FSD permettant la localisation des indents dans le gros grain étudié. Les indents situés proches du joint de grains ou centrés dans le grain sont respectivement entourés en rouge ou en jaune.

Grain	Périphérie du grain	Centre du grain
Dureté $H_{IT}$ (GPa)	6,4 ( $\pm 0,4$ )	6,1 ( $\pm 0,3$ )

Tableau 18 : Valeurs moyennes  $H_{IT}$  (GPa) déterminées en périphérie et au centre d'un gros grain.

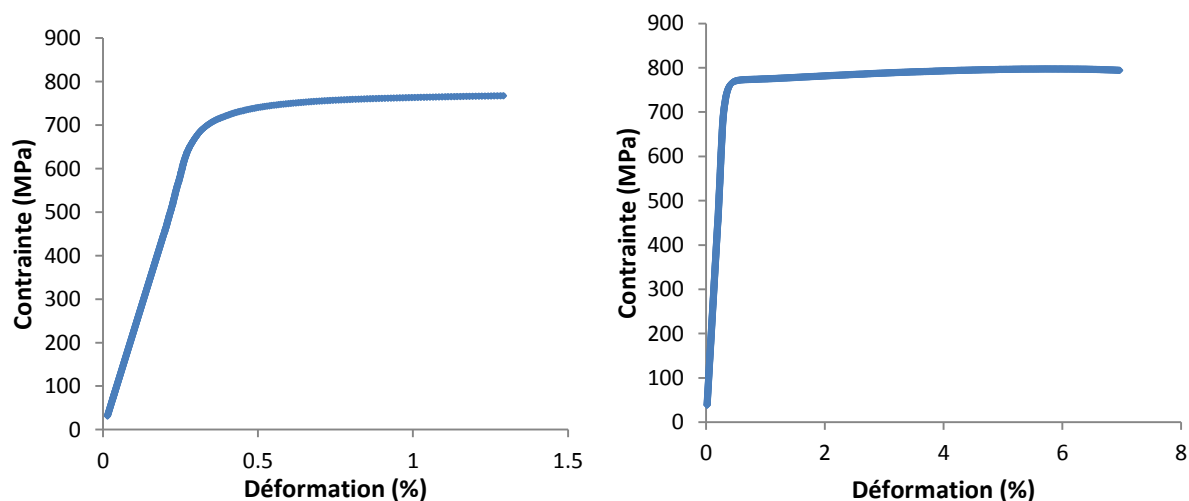
Les premières mesures par nanoindentation, réalisées sur la nuance Std, semblent montrer un effet des joints de grain sur les duretés obtenues entre les gros grains et les grains nanométriques. Il serait intéressant de procéder à des mesures de nanoindentation sur d'autres nuances modèles afin de vérifier l'hypothèse.

### 5. Suivi de déformation en traction sur éprouvette avec microgrille

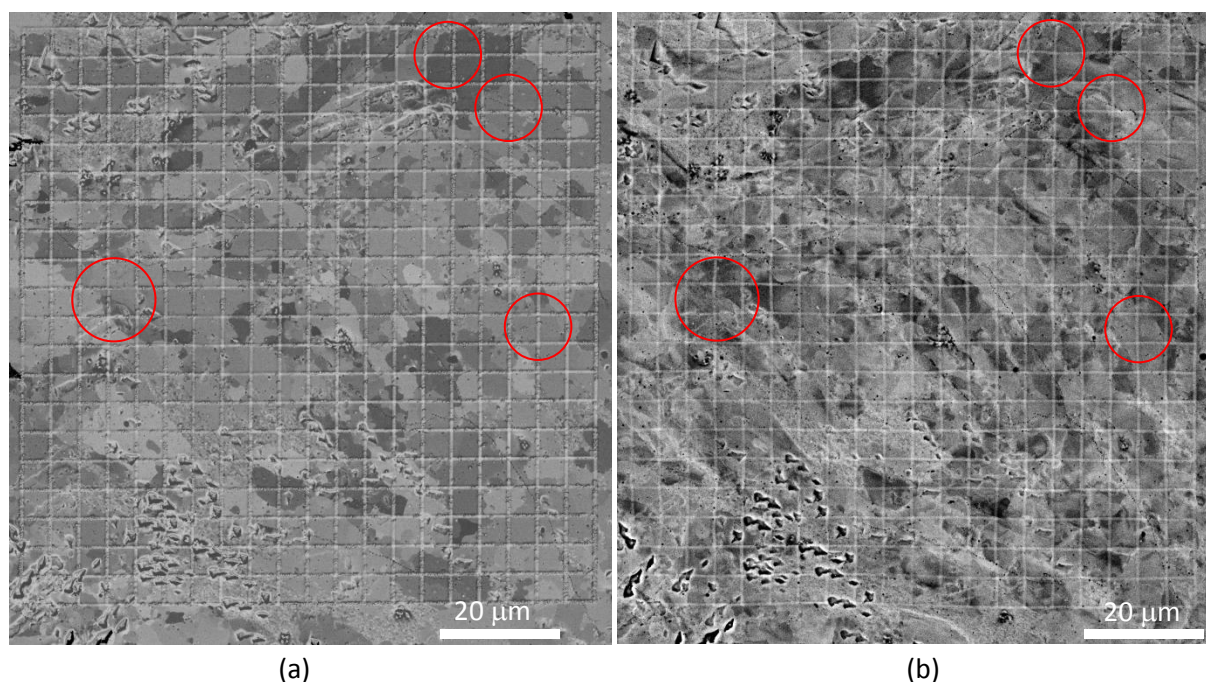
Afin de suivre les mécanismes de plasticité et de mettre en évidence d'éventuels glissement aux joints de grain aux hautes températures, des essais de traction interrompus avec corrélation d'images ont été réalisés à température ambiante et à 650°C avec une vitesse de déformation de  $7.10^{-4} s^{-1}$ . Le suivi de la déformation par corrélation d'images a été effectué à partir d'une microgrille en platine déposée à l'aide d'un FIB (Focused Ion Beam) FEI Helios Nanolab. En prenant en compte l'oxydation en température observée par Steckmeyer [50], la tenue en température de différentes natures de dépôt de protection ont été testés sous air et sous vide secondaire. Dans un premier temps, l'or a été utilisé avec différentes épaisseurs de dépôt. Toutefois, la disparition de cette couche protectrice en or a été observée pour différentes conditions de dépôts (de 100 à 500 nm d'épaisseur) et de recuits (sous air ou sous vide secondaire) laissant place à des oxydations en surface. Le chrome a également été testé cependant les résultats ne donnent aucune satisfaction. Au contraire, une bonne tenue en température sous vide secondaire a été notée pour des dépôts en tungstène.

Le logiciel Correlmanuv a été utilisé afin de procéder au maillage de la grille et à la corrélation d'images.

L'essai de traction à l'ambiante sur la nuance Std a été interrompu à 0,96% de déformation plastique, dans le but de mettre en évidence l'existence de transition élasto-plastique, puis à 6,62% de déformation plastique pour observer les mécanismes de déformation par corrélation d'images (Figure 135). Après 0,96% de déformation plastique très peu de déplacement de la grille est noté. A l'inverse, les microgrilles sont bien plus déformées après l'essai de traction interrompu à 6,62% de déformation plastique, tel que l'illustre la Figure 136.



**Figure 135 :** Courbes de traction de la nuance Std avec microgrille testée à température ambiante avec différents taux de déformation.



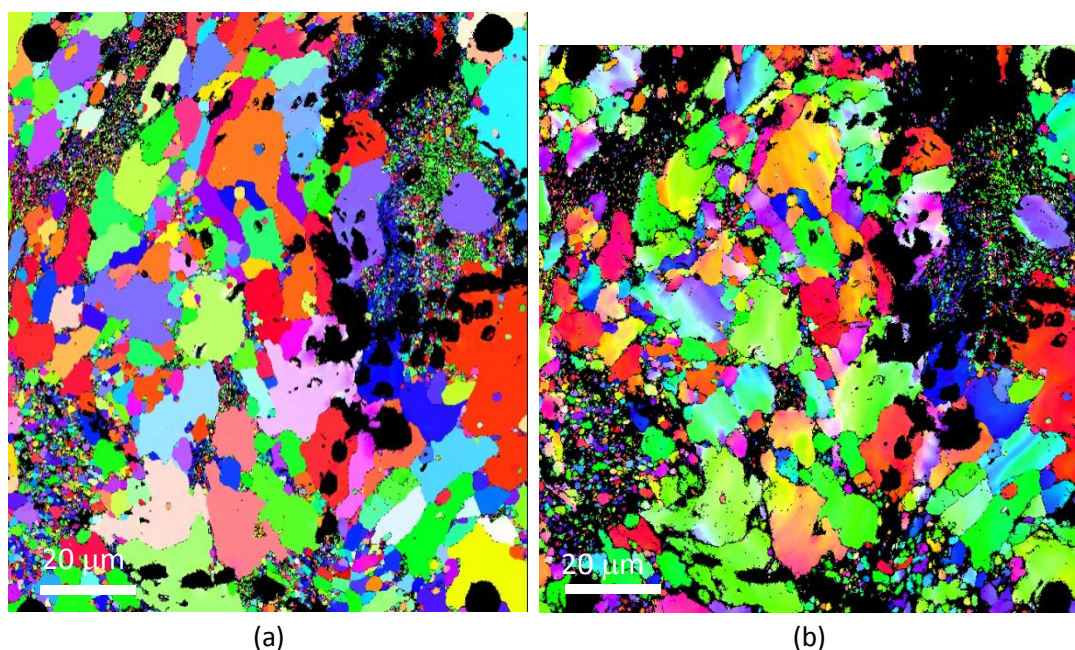
**Figure 136 :** Comparaison entre la grille à l'état initial (a) et après 6,62 % de déformation en traction (b). Les cercles rouges illustrent des zones où la microgrille s'est déformée.

Lorsque l'on compare la grille de platine à l'état initial (Figure 136 (a)) et la grille après déformation (Figure 136 (b)), on semble voir des déplacements de grille principalement localisés au sein de gros



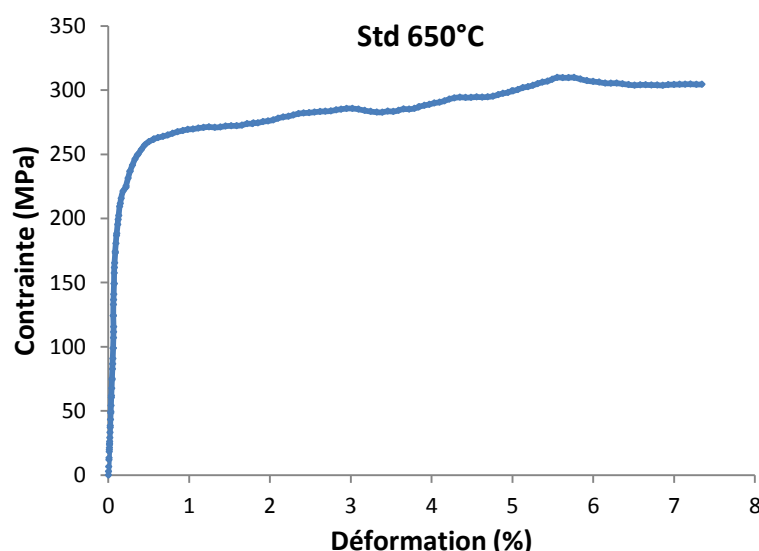
grains. Les analyses EBSD avant et après déformation (Figure 137) confirment la présence de mécanismes de plasticité intragranulaire illustrés par de fortes désorientations intragranulaires. Ces résultats sont en bon accord avec les observations *post-mortem* au MEB-EBSD et les expériences de déformation *in situ* dans un MET.

A partir de la Figure 137, on peut noter un effet de l'orientation cristalline sur la capacité du grain à se déformer plastiquement. En effet, les grains verts, orientés selon la direction [110], ne se déforment que très peu. C'est aussi le cas pour les grains rouges orientés selon la direction [100] et les grains bleus orientés selon [111]. A l'inverse, d'autres orientations cristallines, tel que c'est le cas pour les grains violets orientés selon la direction [112], se déforment beaucoup plus. Enfin, on semble observer une tendance des grains à s'orienter selon la direction [110].



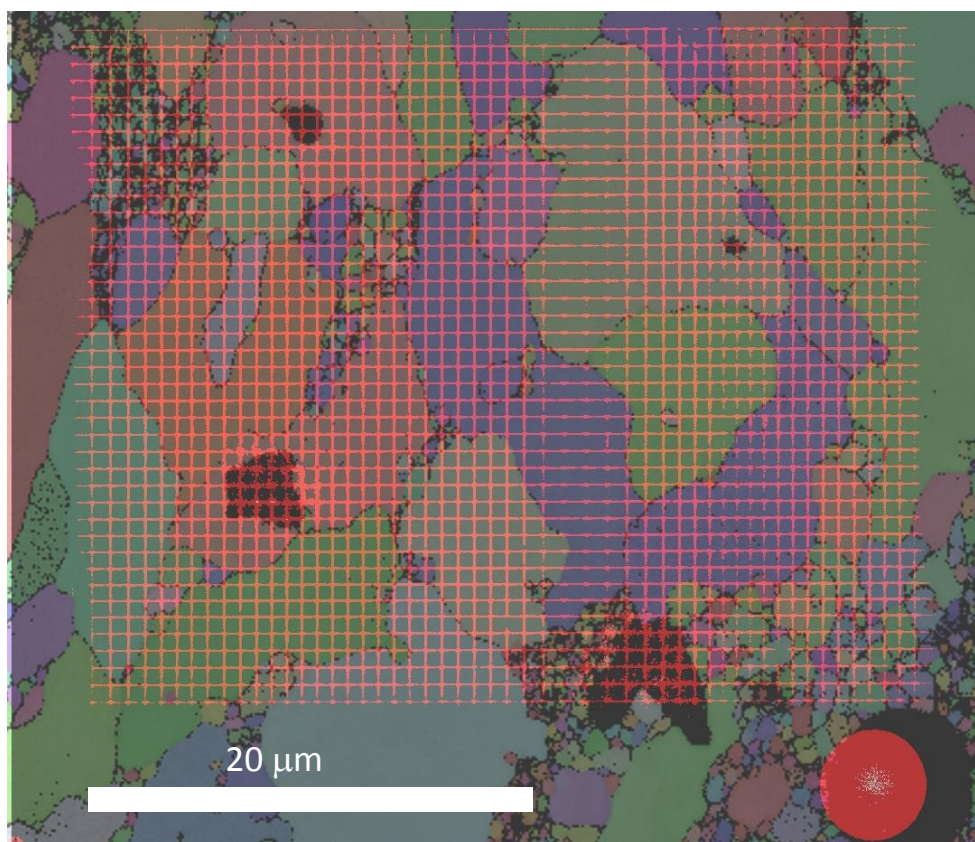
**Figure 137** : Image EBSD avant (a) puis après 6,62% de déformation plastique à température ambiante (b).

L'essai de traction à 650°C a été réalisé sur une nuance Std dans une enceinte sous vide secondaire. Comme l'illustre la Figure 138, l'éprouvette a été déformée de 7,16%.



**Figure 138** : Courbe de l'essai de traction réalisé à 650°C sous vide secondaire et interrompu à 7,16% de déformation.

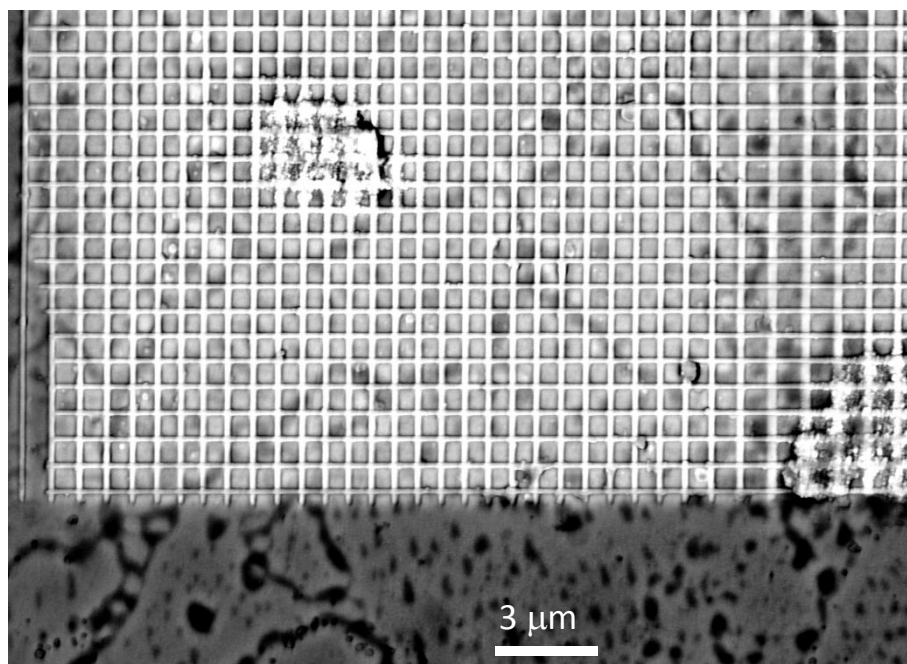
A partir d'observations microstructurales, la grille de platine, déposée par FIB, est recalée sur l'image EBSD avant déformation dans le but d'identifier les zones de déformation après essai de traction interrompu (Figure 139).



**Figure 139** : Superposition de la grille de platine (représentée en rouge) et de la microstructure visualisée en imagerie EBSD.

Des observations par MEB, réalisées après traitement thermique d'une heure à 650°C sous vide secondaire, ont mis en évidence une dégradation de la microstructure (Figure 140), plus particulièrement des joints de grain, et ce malgré la présence du dépôt protecteur en tungstène. Il est fort possible que cette oxydation en surface provienne de l'oxygène en excès présent au sein de la nuance Std qui diffuse vers la surface de l'échantillon durant le recuit.

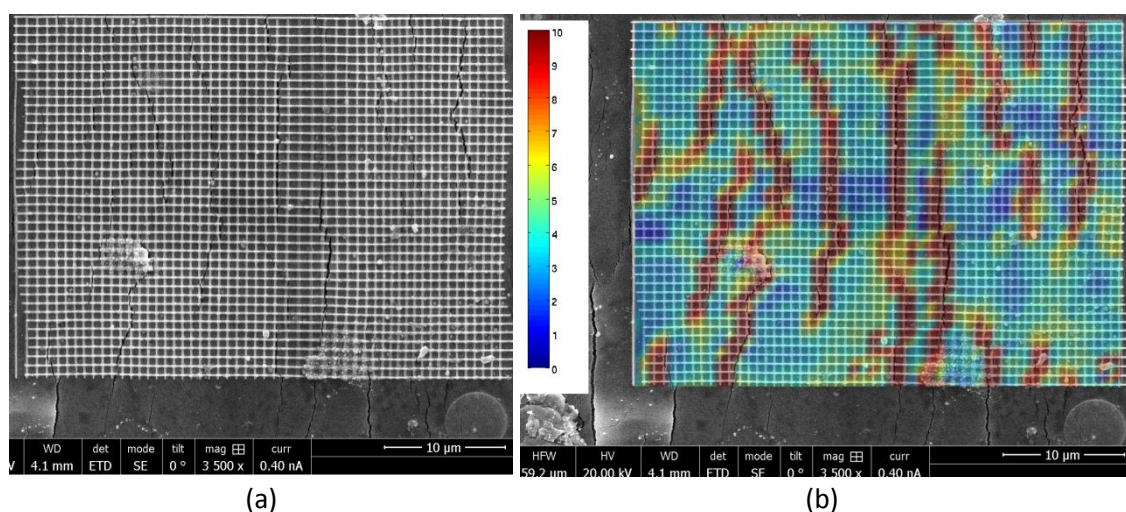




**Figure 140 :** Micrographie MEB acquise après traitement thermique à 650°C pendant une heure.

La micrographie acquise au FIB après traction (Figure 141 (a)) montre également une présence importante de fissures correspondant probablement à des fissures du dépôt protecteur en tungstène.

Après corrélation d'image (Figure 141 (b)) et superposition avec l'image EBSD acquise à l'état initial (Figure 142), on observe une faible différence de déformation entre les zones à petits grains et les zones à gros grains. A l'inverse, de fortes localisations de déformation sont retrouvées au niveau des fissures. En outre, ces fissures semblent être majoritairement localisées au niveau des joints de grain (Figure 143). Toutefois, on ne peut exclure que le phénomène d'oxydation interne mis en évidence précédemment pourrait fragiliser les joints de grain et ainsi favoriser un endommagement intergranulaire.



**Figure 141 :** Image en électrons secondaires de la grille après essai de traction interrompu à 650°C (a) et cartographie de déformation après corrélation d'images (b).

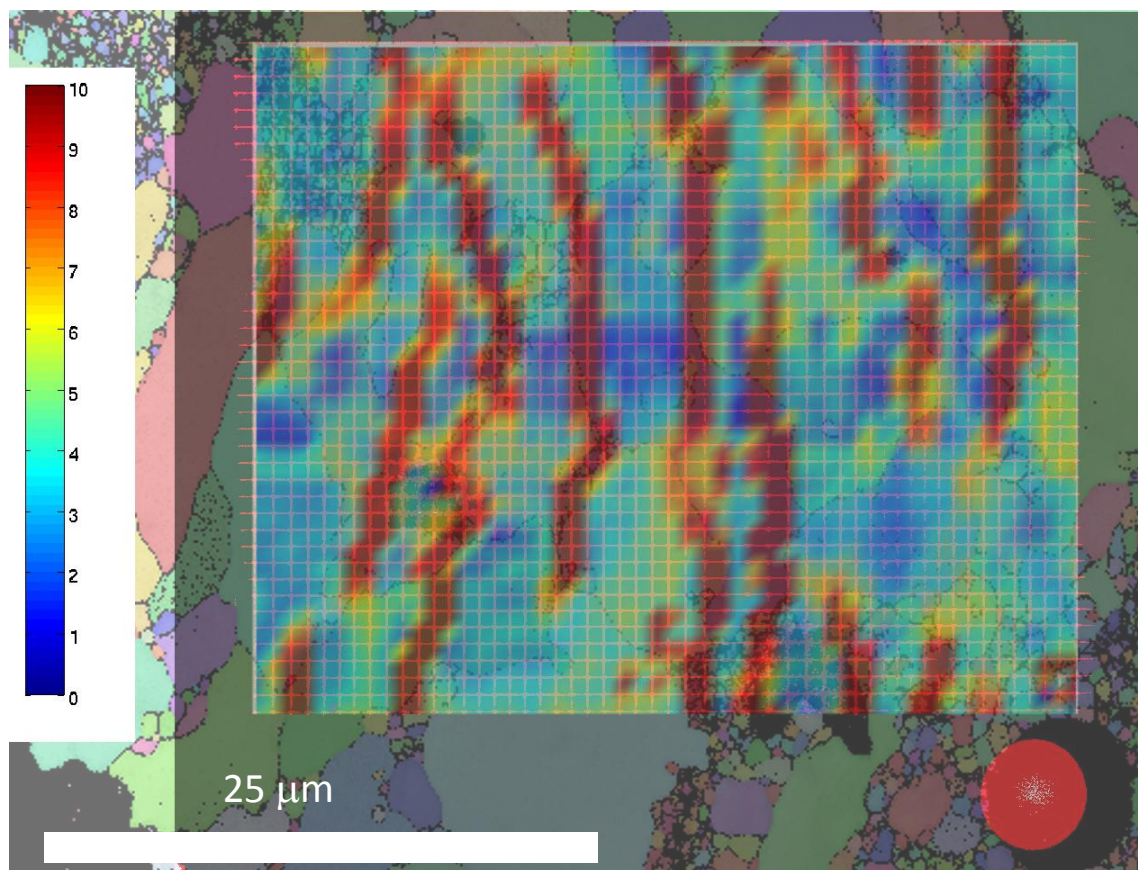


Figure 142 : Superposition de la cartographie de déformation et de la microstructure visualisée par EBSD.

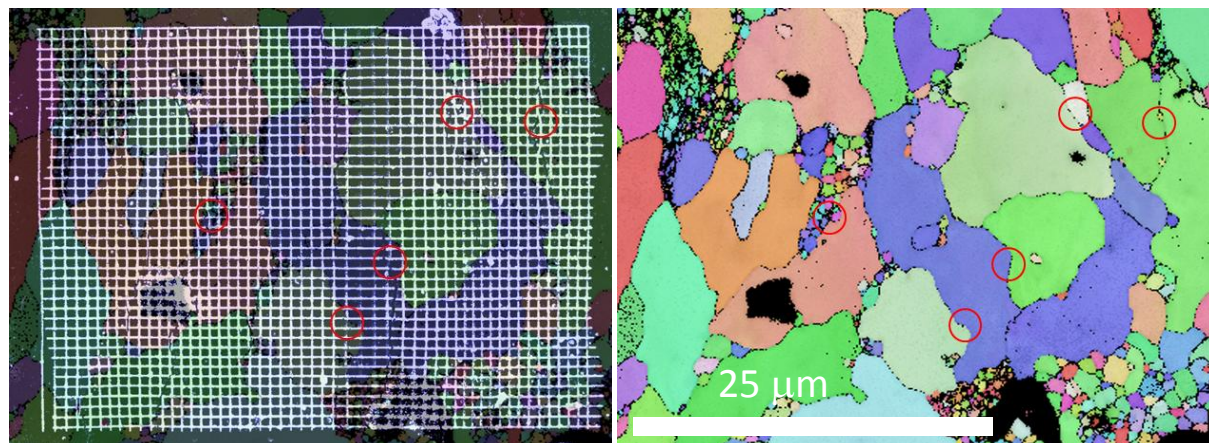


Figure 143 : Mise en évidence de déformation localisée au niveau des joints de grain.

## 6. Synthèse et discussion

Dans le chapitre IV, les essais mécaniques (traction et fluage) effectués sur chacune des nuances modèles ont permis de mettre en évidence une similitude entre les mécanismes de déformation sur la gamme de températures étudiée. Afin d'approfondir la compréhension de ces mécanismes de déformation et de leur évolution avec la température, des observations de MEB sur éprouvettes de fluage et traction après rupture et des expériences de déformation en *in situ* dans un MET ont été réalisées.



### 6.1. Evolution des mécanismes d'endommagement

Les observations au MEB de coupes longitudinales d'éprouvettes rompues en fluage à 650°C ont permis de noter la présence de fissures qui, contrairement aux matériaux ODS 14Cr filés [37], sont perpendiculaires à la surface de rupture et à la direction de sollicitation. Cette orientation de microfissures avait déjà été notée par Wilshire [273, 274] et Evans [275].

Elles montrent également un effet notable de la contrainte sur les mécanismes d'endommagement. En effet, à forte contrainte, l'endommagement se concentre uniquement dans les zones à grains nanométriques par du glissement aux joints de grain. Cela s'explique par une différence de propriétés entre les zones à petits grains et les zones à gros grains. A l'inverse, l'endommagement en fluage à 650°C sous faible contrainte est moins localisé, on en retrouve au niveau des grains nanométriques, mais aussi au niveau des gros grains et des chapelets de particules grossières. Un début d'endommagement durant le régime stationnaire d'un essai de fluage interrompu à 650°C sous faible contrainte (160 MPa) est observé au niveau des grains nanométriques, et ce malgré l'existence d'un plateau stationnaire. Cela semble montrer que sous forte contrainte, l'endommagement n'ait pas eu le temps de s'étendre au reste de la microstructure.

### 6.2. Evolution des mécanismes de déformation avec la température

Grâce aux observations de la déformation, plusieurs tendances ont été mises en évidence ou confirmée. On peut distinguer trois domaines : le domaine des basses températures caractéristique du plateau athermique observé sur les courbes de limite d'élasticité, le domaine des températures intermédiaires associé à la chute notable de la valeur de la limite d'élasticité et celui des plus hautes températures pour lesquelles la valeur de limite d'élasticité diminue à nouveau de façon plus modérée.

#### 6.2.1. Mécanismes de déformation à basse température

Les observations de la déformation en *in situ* dans un MET, ainsi que les observations *post-mortem* par MEB-EBSD montrent que la plasticité, intervenant entre l'ambiante et 400°C au sein d'aciers Fe-14Cr renforcés, est gouvernée par des mécanismes intragranulaires. Ces observations sont en bon accord avec les expériences au MEB en *in situ* réalisées par Boulmat à température ambiante [164].

Les mesures de nano-indentation montrent une différence de dureté entre les zones à nano-grains et les zones à gros grains. Les premières observations semblent indiquer un effet des joints de grain pour les grains nanométriques, toutefois il serait intéressant de compléter cette analyse à partir de simulation numérique tels que des simulations de dynamique de dislocations [278].

En MET *in situ*, les dislocations sont plutôt rectilignes et sont alignées dans la direction vis. Elles se désancrent de la précipitation avant d'être de nouveau épinglées sur les précipités, glissant ainsi de manière saccadée dans des plans de glissement de type  $\{110\}$  et  $\{112\}$  avec un vecteur de Burgers de type  $\langle 111 \rangle$ . En outre, des sources intragranulaires ainsi que du glissement dévié ont également été observés.

Enfin, les premiers essais de traction réalisés à température ambiante avec suivi de déformation par corrélation d'images d'une microgrille montrent aussi une déformation principalement intragranulaire.

#### 6.2.2. Mécanismes de déformation pour des températures intermédiaires

Entre 400 et 600°C, différents mécanismes de déformation ont pu être notés. Dans un premier temps, le mouvement reste globalement saccadé. Par la suite, un domaine de vieillissement



dynamique, est mis en évidence sur différentes nuances de l'étude (Std et Rc), mais pas toutes, via l'apparition de bouffées de dislocations. La température associée au domaine de vieillissement dynamique varie selon la nuance. Pour les aciers ODS, les températures de la plage sont nettement supérieures à celle observée sur les alliages fer [255, 249] a été notée. En général, le vieillissement dynamique se manifeste sur les courbes de traction conventionnelle par la présence de serrations (phénomène de Portevin – Le Chatelier). Pour les aciers ODS, cela n'a pas été clairement mis en évidence. Cependant, le domaine de vieillissement dynamique peut être plus large que le domaine de température de Portevin-Le Chatelier [259]. Ainsi, il est possible que le phénomène de Portevin – Le Chatelier soit visible pour des températures comprises dans la plage du vieillissement dynamique mais différentes de celles utilisées pour les essais de traction. On peut également penser que le phénomène de Portevin – Le Chatelier soit moins marqué en raison de la présence de microstructure fine, empêchant la propagation à grande échelle.

### 6.2.3. Mécanismes de déformation à haute température

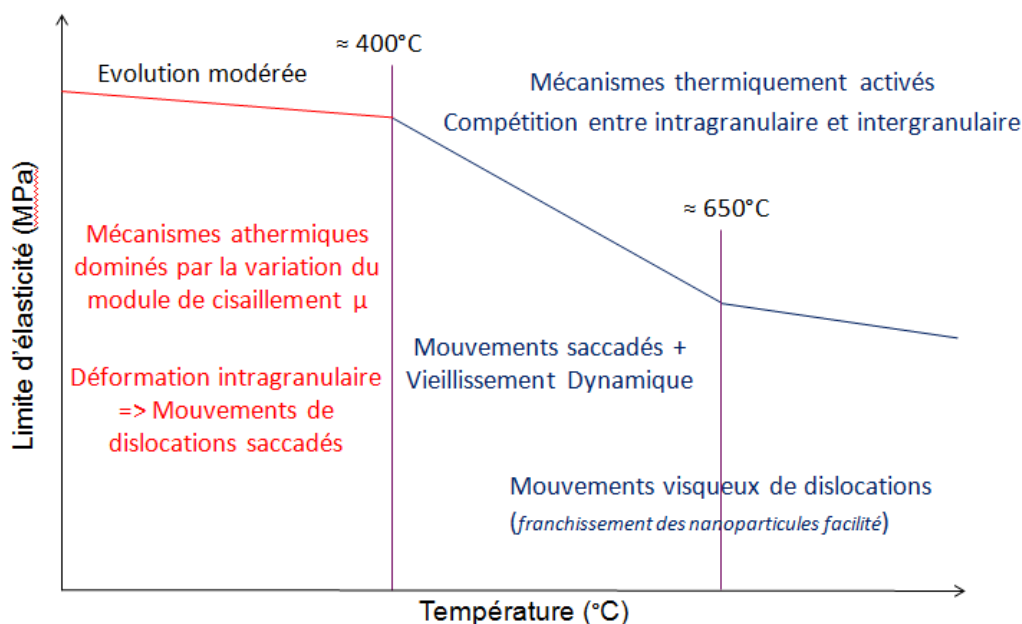
Pour des températures supérieures à 600°C, un mécanisme intragranulaire est observé avec un mouvement de dislocations continu. Les précipités continuent d'épingler les dislocations cependant le franchissement semble être facilité. Il est probable que la précipitation soit franchie par le mécanisme de montée/glissement dévié des dislocations. Toutefois, aucun effet de la température sur le plan de glissement n'a été observé. En effet, les plans de glissement déterminés aux hautes températures sont identiques à ceux déterminés à basse température (plans {110} et {112}). Bartsch et ses collaborateurs ont étudié les plans de glissement d'un acier ODS MA956 testé *in situ* à des températures allant de 660°C à 1010°C. Ils montrent notamment du glissement de dislocations dans les plans {110} et {112} [251].

Le mécanisme de déformation prédominant en déformation *in situ* dans un MET semble être intergranulaire, principalement illustré par du glissement au niveau des joints de grain. Ce mécanisme intergranulaire avait été observé sur des nuances ODS Fe-14Cr consolidées par filage [37, 254] et est en bon accord avec les études de suivi de déformation par corrélation d'images réalisées par Sugino [266, 53] et Masuda [269].

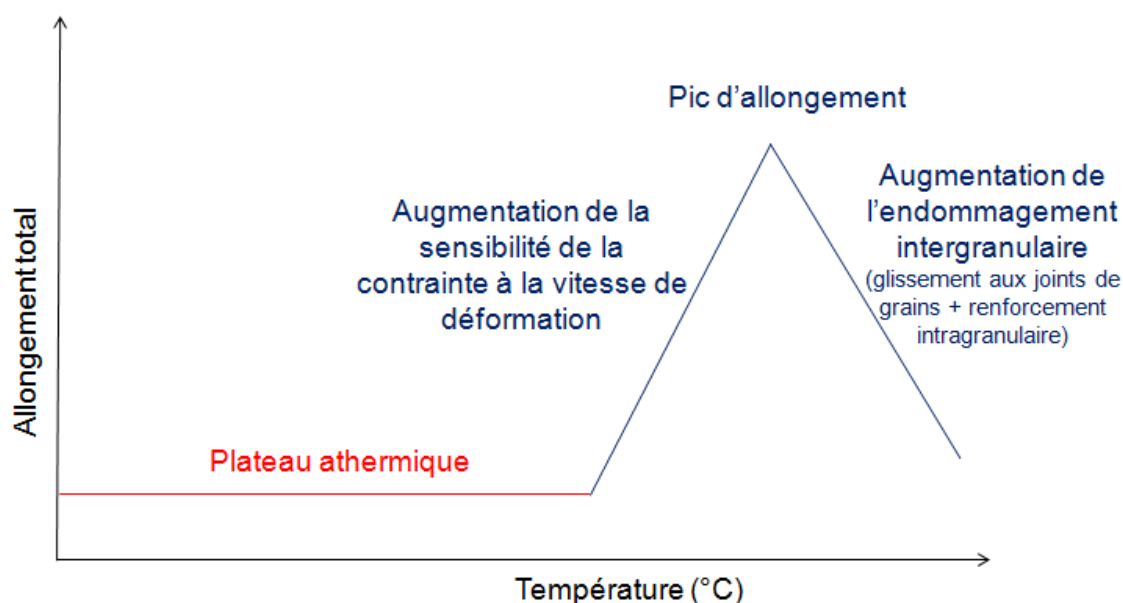
La présence de sources de dislocations intergranulaires, avait également été observée sur des nuances ODS filées [37, 254]. Toutefois, la forte dégradation en surface des lames minces à haute température a empêché la visualisation de ces sources intergranulaires sur les nuances ODS modèles.

A haute température, des mécanismes de glissement aux joints de grain ont été observés à partir des essais de traction interrompus avec microgrille. Cependant, le phénomène d'oxydation interfère biaisant en partie les conclusions.

En combinant les données mécaniques avec les analyses *post mortem* et de déformation *in situ* en MET, il est possible de schématiser l'évolution des mécanismes de déformation d'aciers ODS Fe-14Cr avec la température de la manière suivante (Figure 144 et Figure 145) :



**Figure 144 :** Schéma de l'évolution de la valeur de la limite d'élasticité d'un acier ODS avec la température et lien avec les mécanismes de déformation qui interviennent à l'échelle microscopique.



**Figure 145 :** Schéma de l'évolution de la valeur d'allongement total (A%) d'un acier ODS avec la température.

### 6.3. Effet des renforts sur les mécanismes de déformation

Le suivi en *in situ* des essais de déformation réalisés dans un MET sur la nuance NR montre une similitude des mécanismes de déformation avec ceux obtenus pour un acier ODS modèle. Ces observations sont en bon accord avec la similitude obtenue entre les exposants de contrainte effective estimées pour chacune des nuances de l'étude. En outre, les expériences de déformation *in situ* dans un MET réalisées sur la nuance NR montre que les plans de glissement sont similaires à ceux observés sur les aciers ODS.

A basse température, le mouvement des dislocations au sein de grains est saccadé. L'absence de nanoparticules laisse à croire que ce mouvement saccadé est également causé par les éléments en

solution solide et par les vallées de Peierls. Un domaine de vieillissement dynamique est observé entre 200/300°C et 500°C sur la nuance NR, et est en accord avec les récents résultats de Caillard [249]. Les serrations, typiques d'un phénomène Portevin-Le Chatelier, observées sur la courbe de traction à 400°C de la nuance NR (Figure 84, chapitre IV) ainsi que la valeur négative de la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation associée (Figure 88, chapitre IV), sont en accord avec la présence de ce phénomène de vieillissement dynamique [256, 257]. Comparé aux aciers ODS modèles le domaine de vieillissement dynamique de l'acier NR se manifeste à des températures plus basses. La différence de comportement entre les nuances NR, Rc, Std et FoR pourrait sous-entendre l'existence d'un éventuel effet de la fraction volumique ou de la taille de grain sur la plage de température de vieillissement dynamique (température et largeur de la gamme). En effet, l'acier Rc possède un domaine de vieillissement dynamique qui débute à 400°C et se termine à 550°C alors que celui de l'acier Std est situé vers 500°C et s'étend jusqu'à des températures de l'ordre de 600°C. Au contraire, aucun signe de vieillissement dynamique n'a été observé sur la nuance FoR jusqu'à 550°C. Aux hautes températures, les mécanismes thermiquement observés sur la nuance NR sont les mêmes que ceux notés pour un acier ODS modèle sollicité à haute température (mouvement visqueux de dislocation et glissement aux joints de grain). La seule différence est l'absence d'épinglage des dislocations par les précipités, uniquement observé pour une nuance ODS, qui ralentit le mouvement des dislocations. Or, les données mécaniques, présentées en chapitre IV, indiquent une différence de mécanisme de déformation entre la nuance NR et les nuances ODS. En effet, l'évolution de la courbe d'allongement de la nuance NR montre une déformation superplastique alors que le faible allongement des aciers ODS suggère des mécanismes d'endommagement (Figure 145). Il est possible que la précipitation gêne l'accommodation des joints de grain conduisant ainsi à l'endommagement du matériau.

## VI. Modélisation du comportement mécanique

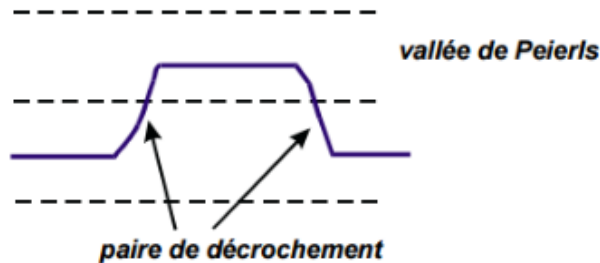
### 1. Etat de l'art

Afin d'établir un lien entre les propriétés en traction à température ambiante d'un acier ou d'un alliage et la microstructure qui le compose, un modèle de durcissement est classiquement utilisé. Il permet de prendre en compte la contribution des différents paramètres microstructuraux vis-à-vis de la limite d'élasticité. Parmi ces paramètres microstructuraux, on retrouve :

- Le réseau cristallin
- La morphologie et la taille de grain
- La chimie et la teneur des solutés
- La densité de dislocations
- La taille et la fraction volumique de renforts

#### 1.1. Effet du réseau cristallin sur la valeur de la limite d'élasticité

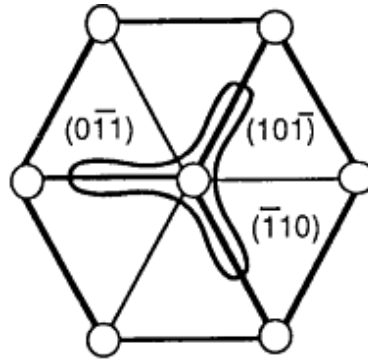
Comme souligné dans le chapitre bibliographique (chapitre I), les dislocations sont ralenties par la force de friction du réseau cristallin, communément appelée force de Peierls-Nabarro, s'opposant au mouvement de ces dernières. Les dislocations (vis et coin) glissent généralement dans les directions cristallographiques denses. En ce qui concerne les dislocations vis, les cœurs de dislocations sont piégés dans une vallée de Peierls (Figure 146), gardant ainsi un aspect rectiligne.



**Figure 146 :** Mécanisme de franchissement de vallées de Peierls par décrochement d'une dislocation.

Toutefois, le cœur des dislocations vis d'un acier cubique centré ne s'étend pas dans le plan de glissement. En effet, la direction vis  $[111]$  étant un axe ternaire, le cœur des dislocations se dissocie sur plusieurs plans (plans  $(112)$  ou  $(110)$ ) (Figure 147). La force de friction est ainsi beaucoup plus élevée que celle des aciers cubiques à faces centrées. Ces dissociations du cœur des dislocations se produisent pour des températures inférieures à 200K. Au-delà, la force de friction du réseau peut être exprimée à partir de l'équation de Peierls-Nabarro (équation VI.1).

A l'heure actuelle, ce phénomène de dissociation du cœur des dislocations vis est rediscuté à partir de calcul ab-initio [279].



**Figure 147** : Dissociation du cœur d'une dislocation vis [111] dans un acier de structure cubique centrée [280].

Le passage d'une vallée à une autre se fait généralement par un décrochement (simple ou double) et nécessite ainsi l'application d'une force plus ou moins importante selon la profondeur de la vallée [280]. La profondeur de ces vallées de Peierls dépend fortement du type de liaison chimique. Dans le cas des aciers, les vallées de Peierls sont peu profondes, surtout pour les aciers de structure cubique à faces centrées, minimisant la force de friction [280].

Selon Peierls et Nabarro, la force de piégeage des dislocations est une fonction exponentielle de la périodicité du réseau cristallin, exprimé par le paramètre de maille  $a$  [55, 56] :

$$\tau_0 = \frac{2\mu}{1-\nu} \exp\left(\frac{-2\pi a}{b(1-\nu)}\right) \text{ équation VI.1}$$

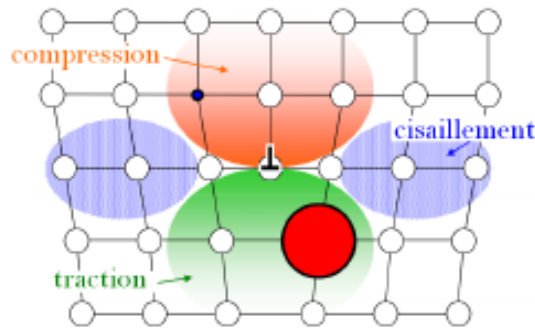
Où  $\mu$  désigne le module de cisaillement,  $\nu$  correspond au coefficient de Poisson et  $b$  représente le vecteur de Burgers et  $\tau_0$  la contrainte de Peierls-Nabarro.

Aux hautes températures, les mécanismes de décrochements des dislocations vis sont facilités par l'agitation thermique rendant la contrainte de Peierls-Nabarro négligeable.

## 1.2. Effet des éléments en solution solide sur la valeur de la limite d'élasticité

Les éléments chimiques, présents en solution solide, permettent d'augmenter la valeur de la limite d'élasticité. Les éléments chimiques généralement trouvés dans les aciers sont le chrome, le molybdène, le tungstène, le vanadium, le manganèse, le niobium ou encore le silicium. Ce gain de la valeur de limite d'élasticité résulte d'interactions entre les dislocations et les solutés. Différentes origines pour les interactions dislocations/solutés ont été répertoriées dans la littérature [92, 281].

La première provient d'un effet de taille des solutés. En effet, autour du cœur d'une dislocation, sont présentes des distorsions élastiques du réseau qui conduisent localement à des champs de contrainte de traction ou de compression. Afin d'abaisser l'énergie potentielle du système, les gros atomes et les interstitiels ont tendance à occuper les zones en traction tandis que les petits atomes en substitution occupent les zones de compression (Figure 148). On parle de ségrégation sur la dislocation. Toutefois, cela s'applique généralement pour les dislocations à caractère coin (effet Cottrell). L'origine de l'interaction entre une dislocation vis et un atome en soluté peut provenir d'un effet de taille, cependant les autres effets non volumiques sont plus importants [69].



**Figure 148 :** Illustration du mécanisme de durcissement par solution solide de substitution (atome de taille plus importante que la matrice représenté en rouge et atome de taille plus petite que la matrice représenté en bleu) [50].

Les interactions solutés/dislocations peuvent également être reliées à la rigidité de la liaison entre un atome de soluté et un atome de la matrice. Cette interaction concerne aussi bien les dislocations vis que les dislocations coins.

L'origine des effets des éléments en solution solide sur le mouvement des dislocations peut également provenir d'un effet de dipôle élastique induite par la distorsion du réseau. La présence d'atomes interstitiels au sein des cristaux de structure cubique centrée provoque une distorsion élastique augmentant ainsi la contrainte critique permettant de faire bouger une dislocation.

Quelle que soit l'origine de l'interaction soluté/dislocation, la contribution au durcissement d'un élément en solution solide suit généralement une loi en  $c^n$  avec l'exposant  $n$  compris entre 0 et 1 :

$$\sigma_{SS} = K \cdot c^n \text{ équation VI.2}$$

Avec  $K$  une constante de durcissement. Pour des alliages à structure cubique à faces centrées, l'exposant  $n$  est de 2/3 [282, 283]. Au contraire, l'exposant  $n$  est égal à 3/4 pour des alliages cubiques centrés [59, 284].

Pour les alliages contenant différents éléments chimiques en solution solide, il a été proposé que l'expression du durcissement par les solutés devienne une sommation des différentes contributions.

$$\sigma_{SS} = \sum_{i=0}^n K_i \cdot c_i^n \text{ équation VI.3}$$

Dans la plupart des modèles de la littérature, la dépendance en température du durcissement en solution solide est réduite à la dépendance du module de cisaillement. Seul le modèle proposé par Suzuki présente une dépendance plus explicite avec la température permettant de décrire une décroissance plus rapide que celle du module élastique [60]. Selon Hé [65] et Alinger [190], le durcissement par solution solide d'acier ODS est présent jusqu'à 0,4 Tf (Tf étant la température de fusion), soit environ 600°C.

### 1.3. Effet des dislocations sur la valeur de la limite d'élasticité- écrouissage

La progression des dislocations peut également être ralentie par la présence d'obstacles, tels que des dislocations. Dans le cas d'interactions dislocations/dislocations, le paramètre microstructural majeur de cette contribution est la densité de dislocation  $\rho_{Disloc}$ . Il existe deux cas d'interactions entre une dislocation mobile et une autre.

Lorsque deux dislocations se situent dans le même plan de glissement, elles peuvent passer sans interagir significativement, changer de plan de glissement (cas des dislocations vis) ou se bloquer

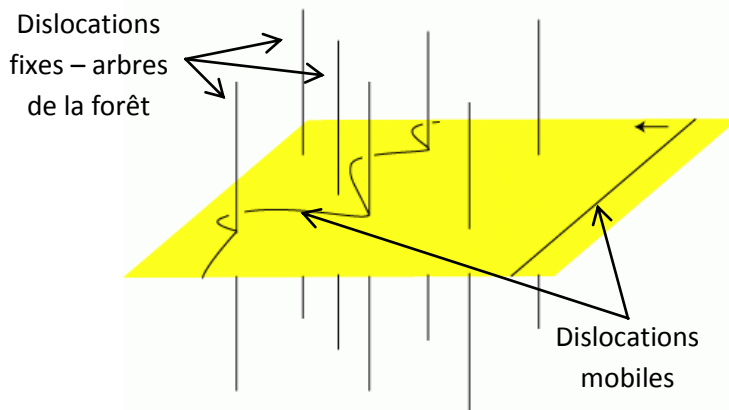


mutuellement en formant des dipôles (cas des dislocations coins). On parle alors d'auto-écrouissage. Les contraintes de cisaillement sont respectivement de l'ordre de  $\frac{\mu b}{2\pi} \sqrt{\rho_{Disloc}}$  et  $\frac{\mu b}{8\pi} \frac{\sqrt{\rho_{Disloc}}}{(1-\nu)}$  [280].

Lorsqu'une dislocation glisse dans son plan de glissement et rencontre d'autres dislocations immobiles et traversant ce plan, elle se retrouve temporairement bloquée par ces obstacles. On parle d'interaction entre une dislocation et les « arbres » d'une forêt de dislocations (Figure 149) ou encore d'écrouissage latent. Le durcissement dit « de la forêt » est communément déterminé dans la littérature à partir de la relation de Taylor [71]:

$$\sigma_{Dislo} = M\alpha\mu b \sqrt{\rho_{Dislo}} \text{ équation VI.4}$$

Où M est le facteur de Taylor,  $\rho_{Dislo}$  est la densité de dislocations totale et  $\alpha$  est une constante matériau dont la valeur est comprise entre 0,15 et 0,5 [72]. Dans le cas des aciers de structure cristalline cubique centrée,  $\alpha$  est généralement pris égal à 0,33 [50].



**Figure 149** : Illustration de l'interaction entre une dislocation qui glisse dans le plan figuré en jaune et les arbres de la forêt qui le traversent.

Selon Hé [65] et Alinger [190], la température effective du durcissement par les dislocations est de  $0,3 T_f$ , soit environ  $450^\circ\text{C}$ . Au-delà de cette température, le durcissement des dislocations devient négligeable.

Ces interactions entre dislocations s'accroissent au cours de la déformation plastique via la multiplication des dislocations : c'est ce qu'on appelle l'écrouissage. Il est usuel pour les matériaux simples de décrire cette évolution par deux termes [285, 286] : un terme positif de stockage des dislocations formant avec les autres dislocations des enchevêtrements, et un terme négatif d'annihilation des dislocations entre elles (glissement dévié, montée).

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon_p} = M (k_1\sqrt{\rho} - k_2\rho) \text{ équation VI.5}$$

Avec  $k_1$  et  $k_2$  des constantes respectivement athermique et thermiquement activée et  $\rho$  la densité de dislocations.

Dans le cas d'aciers renforcés par une dispersion d'oxydes, les précipités jouent eux aussi un rôle important sur le comportement des dislocations durant le chargement mécanique [164]. Si les précipités sont séparés par une distance inter-particule  $\lambda$  dans le plan de glissement, l'incrément de densité de dislocations lié à la précipitation s'écrit :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon_p} = M \left( \frac{k_3}{b\lambda} \right) \text{ équation VI.6 [248]}$$

Avec  $k_3$  une constante et  $b$  le vecteur de Burgers. En additionnant les équations VI.5 et VI.6, l'expression de l'écrouissage devient :

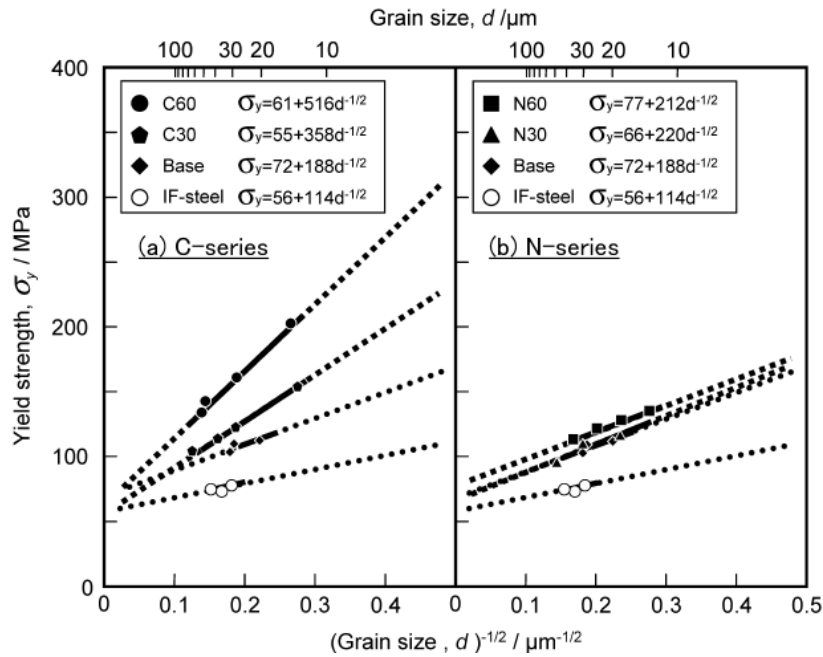
$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = M \left( k_1 \sqrt{\rho} + \frac{k_3}{b\lambda} - k_2 \rho \right) \text{ équation VI.7}$$

Certains auteurs complètent l'équation VI.7 en ajoutant une composante dépendant de la taille de grain  $D$  [164, 282, 286].

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = M \left( k_1 \sqrt{\rho} + \frac{1}{bD} + \frac{k_3}{b\lambda} - k_2 \rho \right) \text{ équation VI.8}$$

#### 1.4. Effet des grains sur la valeur de la limite d'élasticité

Il est communément admis que plus la taille de grain est faible, plus la limite d'élasticité est élevée, comme illustré dans la Figure 150 pour différents aciers avec des teneurs variables en carbone et azote.



**Figure 150 :** Effet de la taille de grain sur la limite d'élasticité d'acier contenant différents taux de carbone (C-series) ou d'azote (N-series) [287].

Cet effet a été décrit par la loi généralisée de Hall-Petch [62, 63] :

$$\sigma_{JdG} = k_{JdG} D^{-\frac{1}{2}} \text{ équation VI.9}$$

Avec  $k_{JdG}$  une constante dont la valeur dépend du matériau et  $D$  la taille moyenne de grains.

Il existe différents modèles permettant de décrire l'effet des grains sur la limite d'élasticité.

a) Le premier modèle, généralement cité, repose sur un empilement de dislocations. Comme souligné précédemment, sous une sollicitation mécanique assez importante, les dislocations

commencent par glisser au sein des grains dans les plans de glissements favorisés jusqu'à se retrouver bloquées au niveau des joints de grain sous forme d'empilement (Figure 151).

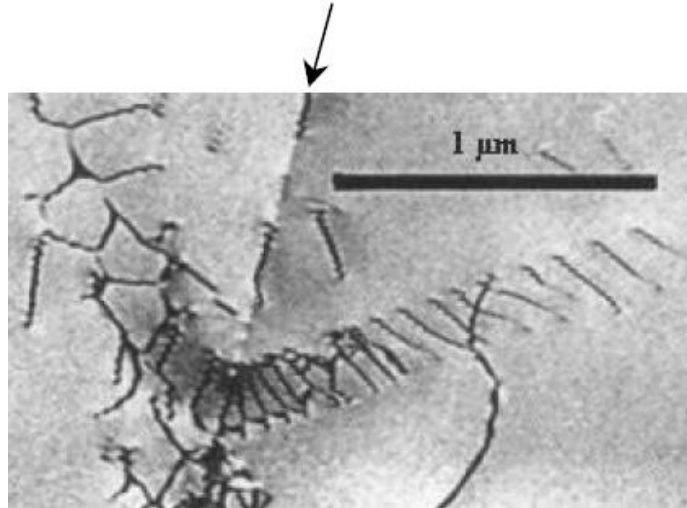
La contrainte  $\tau_p$  ressentie par la dislocation en tête d'empilement est généralement fonction du nombre de dislocation  $n$  et de la contrainte de cisaillement appliquée  $\tau$ . Elle s'écrit :

$$\tau_p = n \tau \text{ avec } n \approx \frac{\pi L \tau}{\mu b} [288]$$

Où  $L$  est la longueur d'empilement généralement égale à la moitié de la taille de grain  $D$  [288]. Dès lors que la contrainte de cisaillement ressentie par la dislocation en tête d'empilement est égale à la contrainte critique de franchissement  $\tau_c$ , la contrainte appliquée s'exprime :

$$\sigma \approx M \left( \frac{2\mu b \tau_c}{\pi} \right)^{1/2} D^{-1/2}$$

joint de grains



**Figure 151 :** Cliché de MET acquis au CEA SRMA, illustrant un empilement de dislocations au niveau d'un joint de grains dans un acier inoxydable 18-10. Photo présentée dans l'ouvrage [280].

b) Un autre modèle, basé sur l'effet de la taille de grain sur la densité de dislocations a également été proposé afin de remonter à la loi de Hall Petch [280]. Ainsi, en partant de la formule de Taylor (équation VI.4), la contrainte s'écrit :

$$\sigma = \alpha M \mu b \sqrt{\rho_D} \text{ équation VI.10}$$

Avec  $\rho_D$  la densité de dislocations maximale émises par unité de surface de joint de grains et qui est égale à :

$$\rho_D = 3m/D \text{ équation VI.11 [280]}$$

Où  $m$  est le nombre de dislocations émises par unité de surface de joint de grains. En injectant l'équation VI.11 dans l'équation VI.10, la contrainte s'exprime :

$$\sigma = \alpha M \mu b \sqrt{3m} D^{-1/2} [69, 280]$$

Il existe d'autres formulations du paramètre de Hall-Petch  $k_{JdG}$ , dépendant du module de cisaillement  $\mu$ , du vecteur de Burgers  $b$  et du facteur de Taylor  $M$  :

- $k_{JdG} = \frac{M \mu b}{2,6}$  [289]
- $k_{JdG} = \frac{\mu \sqrt{b}}{5}$  [45]
- $k_{JdG} = \alpha M \mu (3b\theta)^{1/2}$  [290] où  $\theta$  désigne l'angle de désorientation moyen du domaine LAB (Low Angle Boundaries)

Pour certains aciers à microstructures fines, l'équation VI.9 est mise en doute avec une modification du terme racine carrée. D'après Bhadeshia [291], la contribution de ce mécanisme à la contrainte critique due aux lattes de martensite est égale à :

$$\sigma_{JdG} = \frac{k_{JdG}}{D}$$

Dans la littérature, différentes publications discutent de la modélisation de l'effet de la taille de grain sur la limite d'élasticité pour des aciers dont la distribution en taille des grains est bimodale. Par exemple, en s'appuyant sur les études de Qiu [292], Dapeng propose de calculer la taille moyenne de grain d'un acier ferritique ODS en pondérant la taille moyenne des petits et des gros par leur fraction surfacique [293], typique du modèle de Voigt [294].

$$D_m = \sum_{i=0}^n D_i f_{Si} \text{ équation VI.12}$$

Zhao calcule lui aussi la taille moyenne de grains de ferrite en prenant en compte la fraction surfacique mais à partir d'une équation différente de l'équation VI.12. Il calcule une moyenne selon le modèle de Reuss [295].

$$\frac{1}{D} = \sum_{i=0}^n \frac{f_{Si}}{D_i} \text{ équation VI.13}$$

Afshar a étudié la cohérence des équations VI 12 et VI.13 avec les propriétés mécaniques d'un alliage de cuivre renforcé par une dispersion d'oxyde d'aluminium présentant une distribution de taille de grain bimodale. Il observe un bon accord entre les données expérimentales et théorique avec la loi de Voigt [296].

Enfin, Srinivisarao a étudié la microstructure et les propriétés en traction d'un acier de grade 440C (Fe-18Cr-1,2C-1,0Mn-1,0Si-0,75Mo-0,04P-0,03S) broyé par mécanosynthèse et consolidé par SPS [297]. Il estime le durcissement des joints de grain à l'aide d'une sommation pondérée par la fraction surfacique des différentes familles de taille de grain :

$$\sigma_{JdG} = \sum f_{Si} \frac{k_{JdG}}{\sqrt{D_i}} \text{ équation VI.14 [297]}$$

Schneibel et ses collaborateurs ont étudié l'évolution de la contribution des joints de grain avec la température. Aux basses températures (entre l'ambiante et 400°C), ils proposent une évolution athermique de la contribution d'Hall-Petch, gouvernée par l'évolution du module de cisaillement avec la température [298]. L'équation VI.14 devient ainsi :

$$\sigma_{JdG} = \frac{\mu(T)}{\mu(Amb)} \sum \frac{k_{JdG(amb)}}{\sqrt{D_i}} \text{ équation VI.15}$$

A l'inverse, une chute brutale du durcissement Hall-Petch est observée à partir de 400°C [298]. En 2011, Blum et Zeng ont proposé un modèle de durcissement permettant de reproduire l'évolution de la contribution des joints de grain avec la température [299]. Ce modèle proposé par Blum et Zeng a notamment été utilisé par Schneibel [298]. Il observe un bon accord entre l'évolution de la limite d'élasticité d'un acier ferritique ODS 14YWT sur une large plage de température et le modèle utilisé.

### 1.5. Effet des particules sur la valeur de la limite d'élasticité

L'incorporation de particules au sein d'une matrice permet d'augmenter la limite d'élasticité. En effet, le glissement des dislocations est ralenti par la présence de ces obstacles qui peuvent être franchis par cisaillement pour les particules pénétrables ou par contournement pour les particules impénétrables. Ce gain est plus ou moins marqué selon la taille, la densité des renforts et le degré de cohérence entre les particules et la matrice.

#### 1.5.1. Cas des particules cisillables

Différents mécanismes, tels que le durcissement par cohérence, le durcissement par module d'élasticité, le durcissement chimique, etc... permettent d'expliquer le durcissement apporté par le cisaillement de précipités.

- L'effet de cohérence des particules par rapport à la matrice est analogue à l'effet de taille des solutés. En effet, lorsque la particule est cohérente avec la matrice qui l'enveloppe, un champ de déformation est formé dans la particule et dans la matrice environnante et interagit avec le mouvement de dislocations en les attirant ou en les repoussant. L'augmentation de la contrainte de franchissement par cisaillement produite par l'effet de cohérence s'écrit sous la forme :

$$\Delta\tau = 3,7 (\varepsilon_{coh})^{3/2} \mu \left( \frac{r f_v}{b} \right)^{1/2} [280]$$

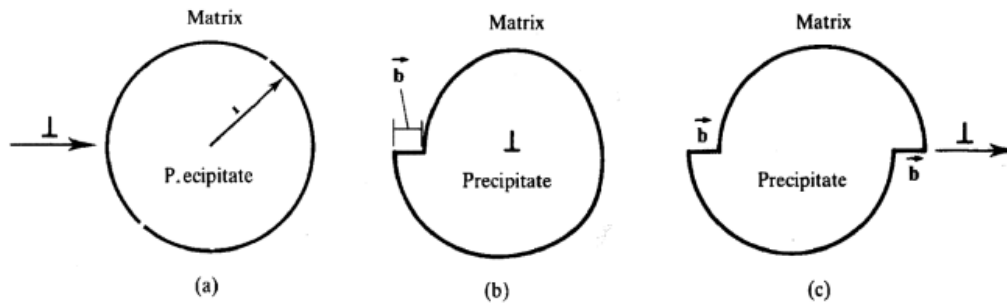
Où  $r$  désigne le rayon moyen des particules,  $f_v$  leur fraction volumique,  $b$  le vecteur de Burgers et  $\varepsilon_{coh}$  une constante dépendant de la différence entre le paramètre de maille de la particule et celui de la matrice.

- Lorsqu'une dislocation pénètre dans une particule dont le module d'élasticité diffère de celui de la matrice, la tension de ligne est altérée. L'effet de contraste du module d'élasticité sur l'incrément de contrainte de cisaillement s'exprime sous la forme :

$$\Delta\tau = 0,01\mu (\varepsilon_\mu)^{3/2} \left( \frac{r f_v}{b} \right)^{1/2} [280]$$

Avec  $\varepsilon_\mu$  la différence relative entre le module d'élasticité de la particule et celui de la matrice.

- Comme l'illustre la Figure 152, une paroi d'antiphase se forme après le franchissement par une dislocation de précipités ordonnés, modifiant ainsi l'ordre chimique entre les atomes voisins [92, 300]. Après le passage complet de la dislocation à travers le précipité, l'aire d'interface entre la matrice et la particule a approximativement augmenté de  $2\pi r b$ . On parle généralement d'effet chimique.



**Figure 152 :** Schéma du franchissement d'une dislocation par cisaillement d'une particule. La dislocation s'approche de la particule (a). La dislocation entre dans le précipité créant un décalage entre le haut et le bas du précipité (b). Ce même décalage est retrouvé après franchissement complet de la particule (c).

A l'échelle microscopique, ce mécanisme se manifeste via des empilements de dislocations (aussi appelées super dislocations) et est principalement observé dans les superalliages à base nickel et les alliages Al-Li. Cette paroi d'antiphase génère un durcissement qui s'exprime sous la forme :

$$\sigma = K\gamma_a^{\frac{3}{2}}(f_v r)^{1/2}$$

Où  $K$  désigne une constante et  $\gamma_a$  correspond à l'énergie surfacique de la paroi d'antiphase. Toutefois, cette expression surestime la contrainte d'écoulement car le passage d'une seconde dislocation tend à diminuer le durcissement en effaçant la paroi d'antiphase créée par la première dislocation [92, 300].

### 1.5.2. Cas des particules impénétrables

Les dislocations ne pouvant cisailer les particules « dures », elles vont franchir ces dernières par un mécanisme de contournement. Schématiquement, une dislocation bloquée par deux particules espacées d'une distance  $\lambda$  va se courber entre les particules jusqu'à atteindre une configuration critique au-delà de laquelle les parties de boucles situées de part et d'autres d'une particule s'attirent et s'annihilent. La dislocation ainsi libérée poursuit son glissement dans le plan laissant autour de la particule une boucle, communément appelée boucle d'Orowan.

La contrainte nécessaire pour qu'une dislocation puisse contourner deux particules distantes l'une de l'autre de  $\lambda$  suit généralement l'équation d'Orowan :

$$\tau_c = \frac{\mu b}{\lambda} \text{ équation VI.16}$$

Avec  $\lambda$  la distance inter-particule définie dans le chapitre I par l'équation I.14.

Kim et al. associent le durcissement par précipitation à un durcissement de barrières dispersées dans le plan de glissement :

$$\sigma_{dbh} = \frac{0,8M\alpha\mu b}{\lambda} [81] \text{ équation VI.17}$$

Où  $\alpha$  désigne le coefficient de résistance barrière représentant la force des amas de défauts faisant obstacles au mouvement des dislocations. Le coefficient 0,8 correspond à un facteur statistique prenant en compte la répartition aléatoire des particules dans les plans de glissement.



Selon Martin [74], la formule générale d'Orowan  $\tau_c = \frac{\mu b}{\lambda}$  permet simplement d'avoir une idée de l'ordre de grandeur de la force nécessaire pour contourner les précipités de seconde phase. Afin d'être plus précis, Martin a utilisé le terme exact de la tension de ligne pour une dislocation vis :

$$T = \frac{\mu b^2}{4\pi} \ln\left(\frac{R}{r_0}\right) \text{ [301] équation VI.18}$$

Avec  $r_0$  le rayon de cœur des dislocations généralement pris égal  $2b$  ( $b$  étant le vecteur de Burgers) et  $R$  la distance moyenne entre les dislocations.

En injectant l'équation VI.18 dans l'équation VI.16, on obtient une contrainte critique de franchissement égale à :

$$\tau_c = \frac{\mu b}{2\pi\lambda} \ln\left(\frac{R}{r_0}\right) \text{ équation VI.19}$$

L'affinement de Martin a été effectué avec l'introduction de nouveaux paramètres :

- La distance moyenne inter-particules :

On a vu dans la synthèse bibliographique (chapitre I) que la distance inter-particules  $\lambda$  s'exprime par  $\lambda = 1,25r \left(\frac{2\pi}{3f_v}\right)^{\frac{1}{2}}$  avec  $r$  le rayon moyen des particules et  $f_v$  leur fraction volumique. Ainsi  $\tau$  est réduit par un facteur  $\frac{1}{1,25}$  pour prendre en compte l'effet statistique. Pour rappel, si le rayon  $r$  est grand devant la distance inter-particules  $\lambda$ , cette dernière est réduite par  $2r_s$ , avec  $r_s$  le rayon d'intersection d'une particule de rayon  $r$  avec un plan aléatoire ( $r_s = \sqrt{\frac{2}{3}} r$ ).

- L'effet de dipôle des dislocations :

Ashby a considéré que les « bras » des dislocations sont de signes opposés créant une force attractive entre ces bras et diminuant ainsi la force de contournement. Ils forment un dipôle de largeur égale à  $2r_s$ .

- La tension de ligne :

La tension de ligne d'une dislocation coin est  $(1-\nu)^{-1}$  plus élevée qu'une tension de ligne pour une dislocation vis. La courbure d'une dislocation coin est donc plus importante que celle observée pour une dislocation vis. La valeur de la tension de ligne correspond donc à la valeur géométrique moyenne de tension de ligne pour les dislocations vis et coins.

Si on injecte ces trois paramètres dans la formule basique d'Orowan (équation VI.19), on obtient une contribution d'Orowan sous la forme :

$$\sigma_{\text{Précipités}} = \frac{0,81 M\mu b}{2\pi(1-\nu)^{\frac{1}{2}}} \frac{\ln\left(\frac{2\sqrt{\frac{2}{3}}r}{2b}\right)}{\left(\sqrt{\frac{2\pi}{3f}} r\right)} \text{ équation VI.20}$$

Sakasegawa [302], Praud [37] ou encore Tanno [303] ont retenu la formule de franchissement de Bacon, Kocks et Scattergood [304] :

$$\sigma_{BKS} = \frac{AM\mu b}{2\pi\lambda} \left( \ln \frac{D}{r_0} + B \right) \text{ équation VI.21}$$

Avec A et B des paramètres qui dépendent du caractère vis ou coin des dislocations, M le facteur de Taylor,  $\mu$  le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers,  $\lambda$  la distance inter-particules, D le diamètre moyen des particules et  $r_0$  le rayon de cœur des dislocations généralement pris égal à deux fois le vecteur de Burgers b.

Le Tableau 19 donne la valeur des constantes A et B selon le mécanisme et le caractère de la dislocation.

Mécanisme	Dislocation	A	B
Orowan	Coin	1	0,7
	Vis	$\frac{1}{1-\nu}$	0,6

**Tableau 19 :** Paramètres permettant de calculer la contrainte de franchissement.

Dans le cas des aciers renforcés par une fine dispersion d'oxydes nanométriques, les oxydes sont supposés impénétrables conduisant ainsi à un franchissement de la précipitation par contournement [37, 45, 50, 190]. Toutefois, il est difficile de définir le modèle de durcissement par précipitation idéal pour les aciers ODS parmi tous ces modèles physiques proposés dans la littérature.

### 1.5.3. Durcissement des particules à haute température

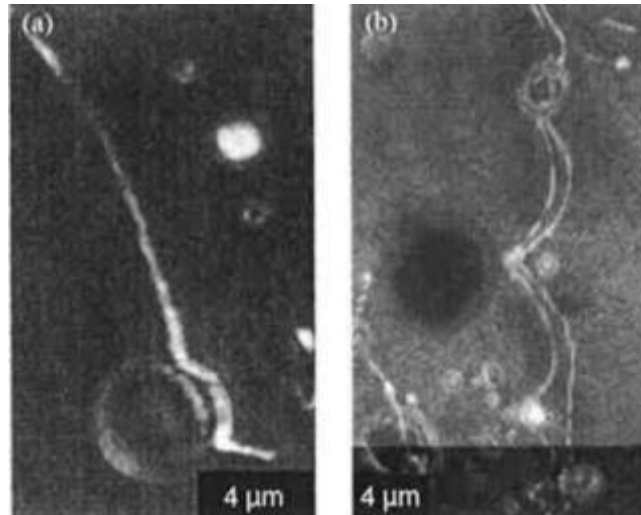
A plus haute température, le franchissement devient plus complexe avec la présence de mécanismes thermiquement activés. Les premiers modèles, proposés par Brown & Ham [261] et Shewfelt & Brown [84], supposent une montée de la dislocation lorsqu'elle rencontre une particule. La simulation numérique menée par Shewfelt & Brown indique que la contrainte de franchissement à haute température est donnée par :

$$\sigma_{th}^{loc} = 0,32 \sigma_{Orowan}$$

Selon les études menées par Arzt & Wilkinson [88] et Nardone [263], un phénomène d'attraction entre la dislocation et la particule se produirait (Figure 153). Ainsi, la dislocation devra se détacher de la particule afin de poursuivre son chemin. C'est donc le détachement qui contrôle le mécanisme de déformation et non la montée (Figure 154). La contrainte de détachement s'exprime :

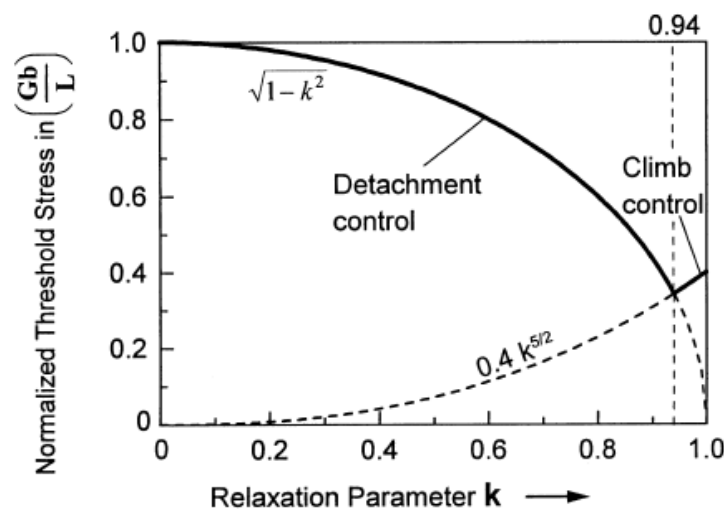
$$\sigma_{th} = \sqrt{1-k^2} \sigma_{Orowan} \text{ équation VI.22}$$

Avec  $k$  un facteur de relaxation.



**Figure 153 :** Mise en évidence d'une interaction attractive entre une dislocation et une particule au sein d'un alliage base nickel renforcé par des précipités  $\text{Ni}_3\text{Al}$  [224].

Arzt et Wilkinson indiquent que lorsque la fraction volumique de particules est inférieure à 13% avec un rapport  $\frac{\lambda}{r}$  supérieur à 2, la contrainte seuil s'exprime :  $\tau_{th} = 0,4 k^{\frac{5}{2}} \tau_{Orowan}$  [88]. C'est le formalisme de montée de dislocation (Figure 154).



**Figure 154 :** Contrainte seuil normalisée pour les mécanismes de montée et de détachement selon le paramètre de relaxation  $k$  [88].

Enfin, Reppich [305] a repris le modèle de ARW (Arzt-Rösler-Wilkinson) en réétudiant le processus de détachement. Dans son étude, Reppich déduit que la contrainte de franchissement s'exprime selon l'équation :

$$\sigma_{th} = \frac{0,9 (1-k^2)^{\frac{3}{4}}}{1+(1-k^2)^{\frac{3}{4}}} \sigma_{Orowan} \quad \text{équation VI.23}$$

### 1.6. Les différents types de sommation

Dans la littérature, il est possible de trouver différents types d'additions prenant en compte la contribution de chaque paramètre microstructural. Selon Kocks [306] et Ardell [78], la façon dont ces différentes contributions se combinent dépend de leur échelle, et de leur amplitude.

Le cas le plus simple correspond à celui où les obstacles ont des échelles très différentes. En effet, la résistance à la dislocation apportée par l'obstacle à l'échelle plus fine peut être considérée comme une contrainte de frottement pour l'obstacle d'échelle supérieure. Elle s'exprime donc sous la forme d'une addition linéaire :

$$\sigma_{total} = \sigma_1 + \sigma_2$$

Cette simple addition est valable lorsque les deux types d'obstacles possèdent des densités et des forces d'obstacles très différentes. C'est le cas par exemple de la friction de réseau ou de la solution solide par rapport à la précipitation [92]. La contribution du durcissement lié aux joints de grain agissant à longue portée et pouvant être vu comme un écrouissage cinématique qui vient s'ajouter ou se soustraire au chargement imposé en fonction du sens de celui-ci, le durcissement des joints de grain est souvent ajouté de façon linéaire aux autres contributions [57, 92].

Le cas d'obstacles de forces identiques se présente lorsque l'on a plusieurs familles d'obstacles impénétrables (précipités contournables) ou presque impénétrables (dislocations). Les contraintes s'additionnent de manière quadratique lorsque les densités d'obstacles sont différentes [307] :

$$\sigma_{total} = \sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}$$

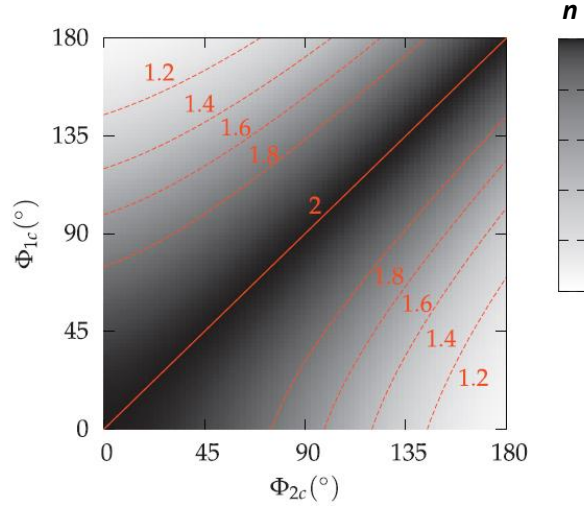
De manière générale, les contraintes s'additionnent selon la formule suivante :

$$\sigma_{total} = (\sigma_1^n + \sigma_2^n)^{1/n} \text{ équation VI.24}$$

Avec  $n$  une constante comprise dans l'intervalle  $(1 - 2)$  comme par exemple  $3/2$ , utilisé par Labush dans son étude [283]. Récemment, De Vaucorbeil a étudié la superposition des contributions de durcissement par simulation numérique [308]. Cette étude a notamment permis de déterminer une expression de la constante  $n$  fonction de l'angle de décrochement de la dislocation après franchissement de précipités ou de dislocations (Figure 155) et s'écrivant sous la forme suivante :

$$n = 1 + e^{-\beta(\phi_{1c} + \phi_{2c})^\delta (\phi_{1c} - \phi_{2c})^{2m}} \text{ équation VI.25}$$

Avec  $\phi_{1c}$  et  $\phi_{2c}$  les angles de décrochement après franchissement d'obstacles ponctuels ( $\phi_{1c} < \phi_{2c}$ ) et  $\beta$ ,  $\delta$  et  $m$  des paramètres ajustables. D'après la simulation numérique,  $\beta = 0,1$  et  $\delta = m = 1$ . Les angles de décrochements sont compris entre  $180^\circ$  pour des obstacles de faibles résistances et  $0^\circ$  pour des obstacles extrêmement durs [308].



**Figure 155** : Evolution de l'exposant  $n$  de la loi d'addition selon les angles de décrochement [308].

Selon différentes références [37, 45, 50, 82, 113, 246, 309], le modèle de durcissement, communément utilisé pour estimer la limite d'élasticité d'alliages renforcés, s'exprime sous la forme :

$$\sigma_{0,2\%} = \sigma_0 + \sigma_{SS} + \sigma_{JdG} + \sqrt{\sigma_{Disloc}^2 + \sigma_{Précipités}^2} \quad \text{équation VI.26}$$

Où  $\sigma_0$  désigne la contrainte de Peierls-Nabarro,  $\sigma_{SS}$  la contribution de la solution solide,  $\sigma_{JdG}$  la contrainte d'Hall-Petch,  $\sigma_{Dislo}$  la contribution des arbres de la forêt et  $\sigma_{Précipités}$  la contribution des nanoparticules.

**Dans le cadre de notre étude, nous nous sommes basés sur ces différents modèles présents dans la littérature pour modéliser la valeur de la limite d'élasticité de nos différentes nuances, dans un premier temps à température ambiante puis aux hautes températures.**

## 2. Modélisation du durcissement de nuances ODS

A partir des résultats microstructuraux et mécaniques, il est possible de modéliser la limite d'élasticité des différentes nuances ODS via un modèle de durcissement.

### 2.1. Modélisation de la valeur de la limite d'élasticité à température ambiante

La contribution du réseau cristallin et de la densité de dislocations est estimée à partir des équations VI.1 et VI.4, généralement utilisées dans la littérature. En ce qui concerne la contribution de la solution solide sur la limite d'élasticité, la formule empirique proposée par Lacy et Gensamer [59] sur les aciers ferritiques a été retenue.

$$\sigma_{SS} = \sum_{i=0}^n K_i \cdot c_i^n$$

Les éléments présents en solution solide au sein de nos matériaux modèles sont principalement le chrome et le tungstène. Le coefficient de durcissement  $K$  des éléments Cr et W est respectivement

égal à 9,65 MPa/at% et 75,79 MPa/at% [113]. Dans le cas de durcissement par solution solide des éléments Cr et W, l'exposant  $n$  est égal à  $\frac{1}{4}$  [59, 244].

Les différents modèles permettant d'estimer la contribution des joints de grain ont été testés. Les valeurs obtenues à partir de l'équation VI.9 et des diamètres moyens résumés dans le Tableau 8 semblent assez cohérentes. Toutefois, du fait d'une microstructure bimodale (voire multimodale), il semble préférable d'utiliser la sommation pondérée par les fractions surfaciques proposée par Srinivasarao [297] afin d'être plus représentatif (30 à 60% de différence selon les nuances entre le modèle de sommation pondérée et la contribution des joints de grain calculée à partir d'une taille de grain moyenne).

$$\sigma_{JdG} = \sum f_{Si} \frac{k_{JdG}}{\sqrt{D_i}}$$

Les données de distribution de taille de grain des différentes nuances de l'étude sont données en annexe 4. En ce qui concerne le paramètre  $k_{JdG}$ , ce dernier a été estimé à partir de différentes équations proposées dans la littérature. Les valeurs sont toutes proches de celle donnée par Courtney pour un acier à faible teneur en carbone :  $0,307 \text{ MN}/\text{m}^{3/2}$ . La valeur de Courtney a donc été retenue dans le cas de notre étude.

Dans le but d'identifier la formulation à prendre pour la contribution de la précipitation, les différents modèles ont été appliqués aux nuances Std et FoR. Pour chacune des nuances, le modèle de durcissement proposé par Bacon-Kocks-Scattergood (équation VI.21) ainsi que par Orowan (équation VI.17) donnent des valeurs beaucoup trop élevées voire mêmes supérieures à la limite d'élasticité mesurée en traction à température ambiante. Au contraire, le modèle proposé par Kim (équation VI.18) estime des contributions de précipitation bien trop faibles, notamment sur la nuance FoR. Seul le modèle de Martin (équation VI.20) semble cohérent.

$$\sigma_{Précipités} = \frac{0,81 \text{ M}\mu b}{2\pi(1-\nu)^{\frac{1}{2}}} \frac{\ln\left(\frac{2\sqrt{\frac{2}{3}}r}{2b}\right)}{\left(\sqrt{\frac{2\pi}{3f}}r\right)}$$

Avec  $\mu$  le module de cisaillement égal à 84 GPa pour les aciers ODS et 78 GPa pour l'acier non renforcé. Cette différence est due à la variation du module d'Young  $E$  entre ces deux aciers (Tableau 4, chapitre II). La constante  $b$  désigne le vecteur de Burgers qui est égal à 0,248 nm.

La valeur des différentes contributions de chacune des nuances de l'étude est donnée dans le Tableau 20. L'incertitude de la contribution des joints de grain correspond à la différence entre les durcissements calculés en définissant la taille de grain à partir des angles de désorientation entre grains voisins de  $5^\circ$  et de  $15^\circ$ . L'incertitude de  $\sigma_{Dislo}$  correspond à une incertitude de mesure de 40% sur la densité de dislocations. Enfin, l'incertitude estimée pour le durcissement par précipitation provient d'une incertitude de mesure sur la taille moyenne et la fraction volumique des nanoparticules, présentée au chapitre III (Tableau 12 et Tableau 13).

	$\sigma_0$ (MPa)	$\sigma_{SS}$ (MPa)	$\sigma_{JdG}$ (MPa)	$\sigma_{Dislo}$ (MPa)	$\sigma_{Précipités}$ (MPa)
<b>NR</b>	7	104 ± 5	65 ± 7	43 ± 8	0
<b>FaR</b>	8	106 ± 5	247 ± 10	207 ± 38	379 ± 135
<b>STi</b>	8	106 ± 5	218 ± 20	244 ± 45	392 ± 125
<b>GP</b>	8	105 ± 5	288 ± 20	65 ± 12	385 ± 90
<b>Rc</b>	8	108 ± 5	140 ± 20	46 ± 8	438 ± 70
<b>Std</b>	8	107 ± 5	202 ± 25	203 ± 37	663 ± 33
<b>FoR</b>	8	103 ± 5	366 ± 5	327 ± 60	959 ± 112

**Tableau 20** : Estimation des différentes contributions de durcissement.

Le modèle de sommation généralement utilisé dans la littérature pour des aciers ODS se présente sous forme de sommation mixte :

$$\sigma_{0,2\%} = \sigma_0 + \sigma_{SS} + \sigma_{JdG} + (\sigma_{Disloc}^n + \sigma_{Précipités}^n)^{1/n} \quad \text{équation VI.27}$$

Avec  $n$  un exposant très souvent pris égal à 2 [37, 45, 50, 65].

En utilisant la formule donnée par De Vaucorbeil [308] (équation VI.25), il est possible de calculer la valeur de l'exposant  $n$ . Dans le cas où une particule est franchie par contournement, l'angle de décrochement de la dislocation est considéré comme étant faible ( $\approx 5^\circ$ ). En ce qui concerne l'angle critique de franchissement d'une dislocation bloquée par une autre dislocation, il peut être estimé comme étant égal à :

$$\phi_{disloc} = 2 \times \arccos(\alpha)$$

Avec  $\alpha$  communément égal à 1/3 ; soit un angle de  $141^\circ$ .

L'exposant ainsi obtenu est de 1,24, transformant l'équation VI.27 en :

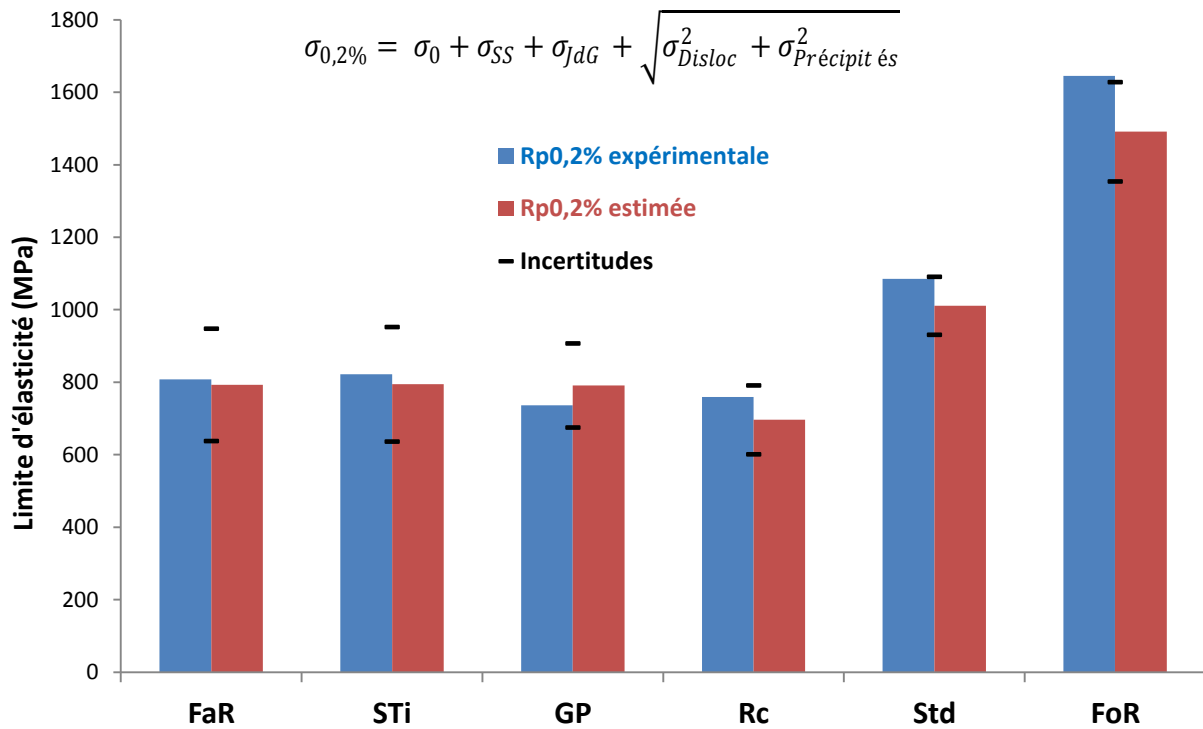
$$\sigma_{0,2\%} = \sigma_0 + \sigma_{SS} + \sigma_{JdG} + (\sigma_{Disloc}^{1,24} + \sigma_{Précipités}^{1,24})^{1/1,24} \quad \text{équation VI.28}$$

Enfin, dans son étude, Labush propose un exposant  $n$  égal à 3/2 [283].

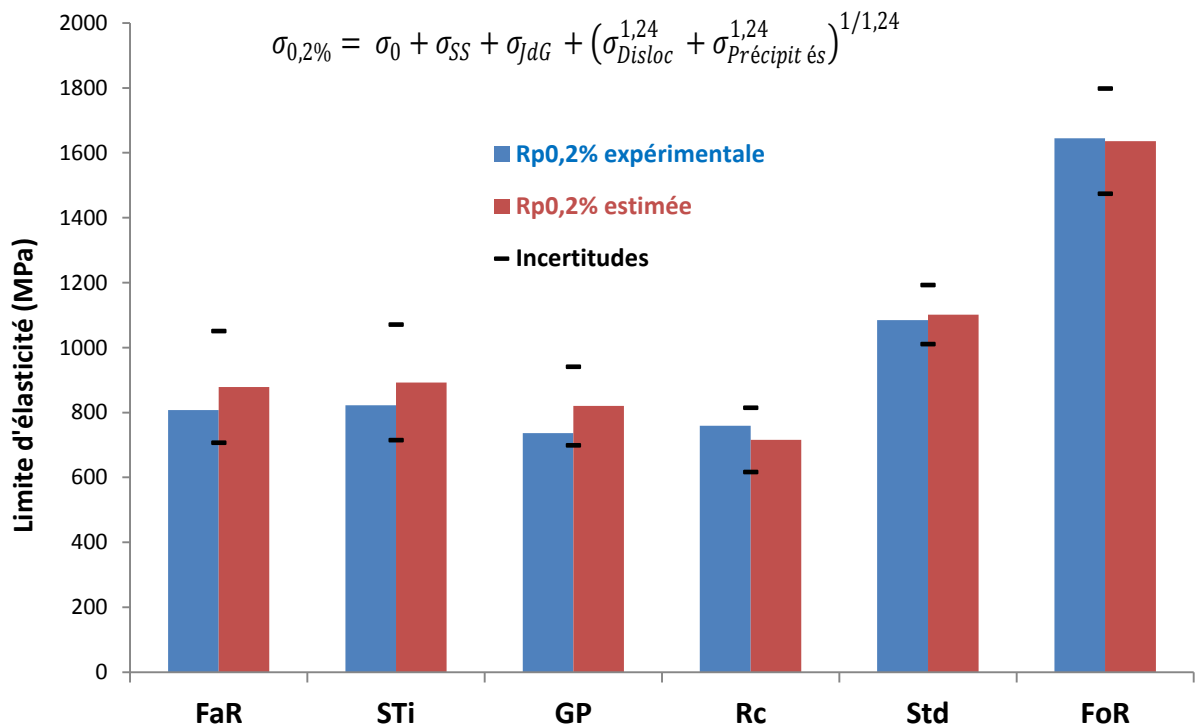
Les deux cas extrêmes,  $n = 2$  (**modèle 1**) et  $n = 1,24$  (**modèle 2**), ont été testés sur les différentes nuances de l'étude. La Figure 156 et la Figure 157 comparent la valeur de la limite d'élasticité expérimentale avec la valeur de la limite d'élasticité estimée à partir des modèles de durcissement étudiés et des incertitudes associées.

Les deux modèles permettent de calculer des valeurs raisonnablement en accord avec les données expérimentales. On peut supposer que le modèle proposé par Labush [283], avec un exposant égal à 3/2, serait également en accord avec les données expérimentales. Toutefois, le modèle qui semble le plus cohérent correspond au modèle de De Vaucorbeil du fait que la valeur de la limite d'élasticité expérimentale des différentes nuances soit toujours comprise entre les bornes d'incertitude du modèle 2 ; ce qui n'est pas le cas pour la nuance FoR avec le modèle 1. En outre, De Vaucorbeil a proposé ce modèle en s'appuyant sur des données physiques qui sont les angles de décrochement après franchissement d'obstacles ponctuels.





**Figure 156 :** Comparaison entre la valeur de la limite d'élasticité expérimentale à température ambiante et celle de la limite d'élasticité estimée à partir du modèle mixte classique (modèle 1).



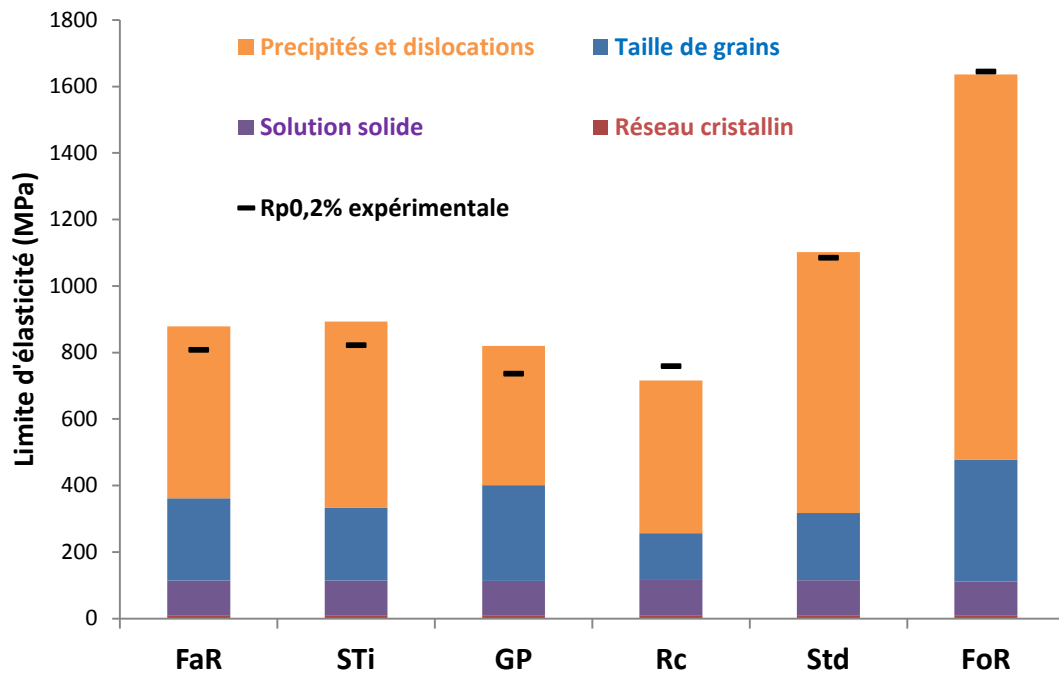
**Figure 157 :** Comparaison entre valeur de la limite d'élasticité expérimentale à température ambiante et celle de la limite d'élasticité estimée à partir du modèle de De Vaucorbeil (modèle 2).

A partir du modèle de durcissement mis en place, il est possible de déterminer la contribution des paramètres microstructuraux sur la valeur de la limite d'élasticité pour chacune des nuances ODS (Figure 158). Comme attendu, lorsque l'on compare les nuances FaR, Std et FoR, on remarque que la contribution liée aux interactions entre dislocations et précipités devient de plus en plus importante lorsque la fraction volumique augmente. Pour rappel, la contribution des précipités est

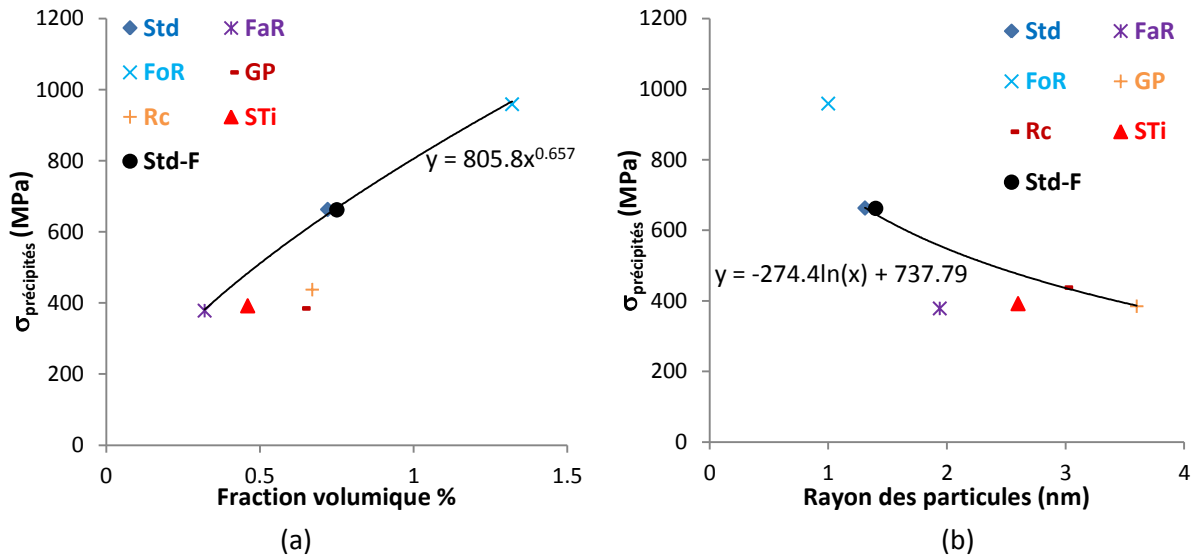
proportionnelle au libre parcours moyen  $\lambda$ , dépendant ainsi des paramètres microstructuraux  $r$  (le rayon moyen des particules) et  $f_v$  (la fraction volumique). Lorsque l'on trace l'évolution de la contribution de la précipitation sur la valeur de la limite d'élasticité en fonction de la fraction volumique des différentes nuances, on trouve un exposant égal à 0,66 pour les nuances FaR, Std et FoR (Figure 159 (a)). Cela indique que la faible variation de la taille de précipitation de ces trois nuances permet de piloter la contribution de la précipitation avec l'évolution de la fraction volumique.

A l'inverse, les nuances GP, Rc et Std possédant quasiment la même fraction volumique, on voit un effet de taille des particules sur le durcissement (Figure 159 (b)). Enfin, l'histogramme des nuances GP et Rc montre un effet de la taille de grain marqué mais pallié par la différence de précipitation suite à l'incident lors de la chauffe de la nuance GP.

En comparant les nuances FaR et STi, on peut noter une similitude au niveau de la contribution des nanoparticules et ce malgré la différence de distribution de la taille de particules. Il est possible que la différence de fraction volumique de nanoparticules compense l'effet de taille des nanoparticules. En effet, le durcissement par les particules de la nuance STi dépend des deux paramètres (fraction volumique et taille des nanoparticules).



**Figure 158 :** Comparaison des différentes contributions estimées à l'ambiante à partir du modèle de durcissement pour chacune des nuances ODS.



**Figure 159 :** Evolution de la contribution de la précipitation sur le durcissement en fonction de la fraction volumique (a) et du rayon moyen des précipités (b).

## 2.2. Modélisation de la valeur de la limite d'élasticité à plus haute température

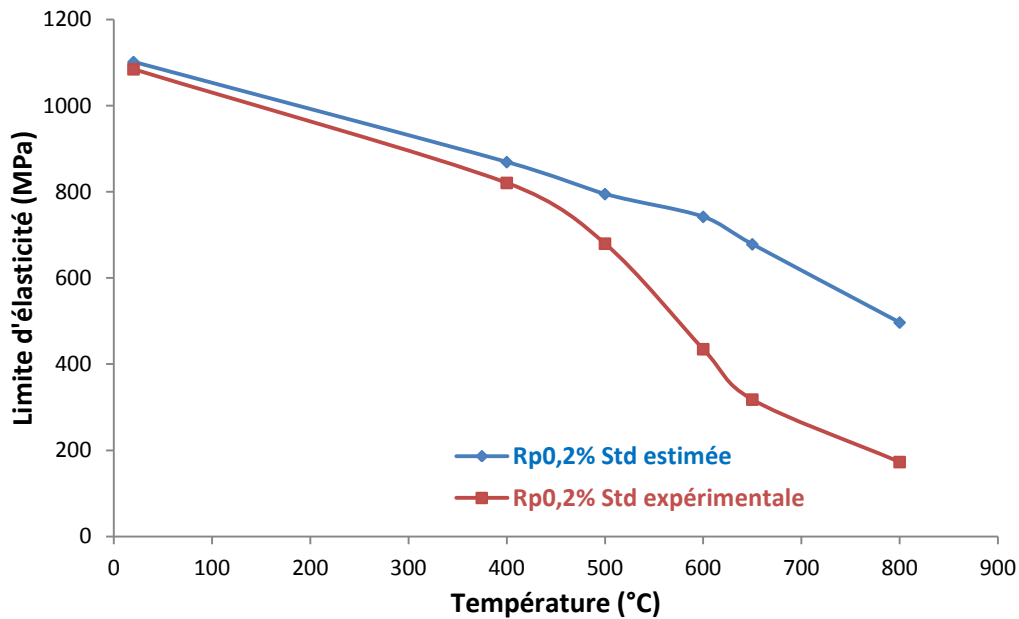
La Figure 160 représente l'évolution, en fonction de la température, de la valeur de la limite d'élasticité de la nuance Std estimée à partir du modèle de durcissement mis en place en fonction de la température (modèle 2), en considérant que seul le module de cisaillement varie avec la température. L'évolution de ce dernier est estimée à partir des valeurs du module d'Young obtenues aux différentes températures (Tableau 4, chapitre II). En se basant également sur l'étude bibliographique de Hé [65] et Alinger [190], la contribution des dislocations est considérée comme nulle à partir de 400°C. En ce qui concerne la contribution des éléments en solution solide, elle devient nulle pour des températures supérieures à 600°C.

$$\sigma_{0,2\%}(T) = \sigma_{SS}(T < 600^\circ\text{C}) + \sigma_{JdG}(T) + \left( \sigma_{Disloc}^{1,24}(T < 400^\circ\text{C}) + \sigma_{Précipités}^{1,24}(T) \right)^{1/1,24}$$

Un écart entre la courbe obtenue à partir du modèle et la courbe expérimentale est observé dès 500°C. Cette différence indique que des mécanismes, intervenant à partir de cette température, limitent l'efficacité du durcissement observé aux basses températures.

Pour le cas de la contribution des précipités, Rösler et Arzt [264] ont proposé une équation modifiant la contrainte de contournement en faisant intervenir un paramètre dépendant de la température dans le but de calculer la valeur de la limite d'élasticité à haute température.

Au-delà de 400°C, la modélisation de la limite d'élasticité des différentes nuances modèles se complexifie en raison de la présence de mécanismes de déformation dont l'activation thermique devient prépondérante, comme indiqué par la chute brutale de la limite d'élasticité.



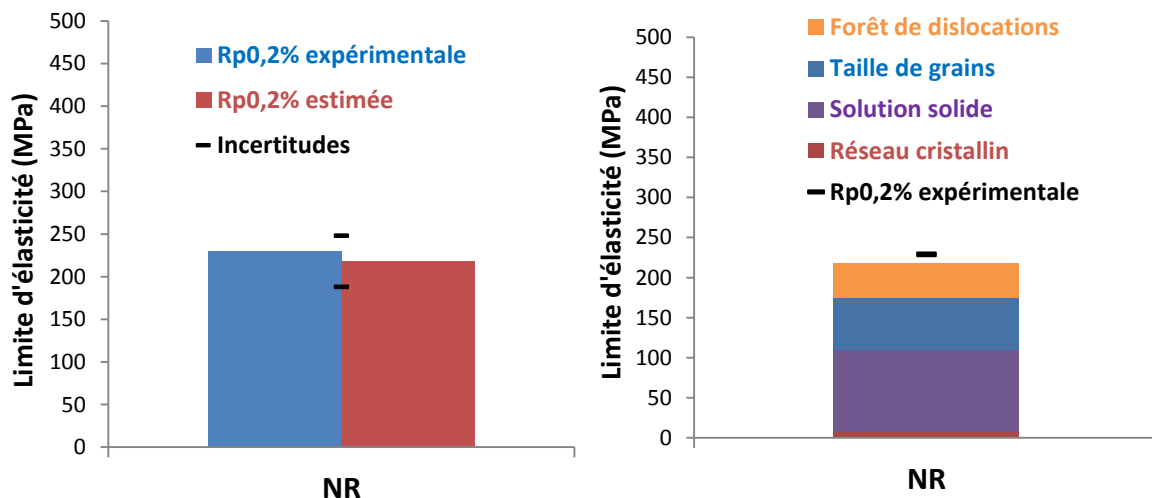
**Figure 160 :** Confrontation de l'évolution avec la température de la valeur de la limite d'élasticité expérimentale de la nuance Std avec la valeur calculée à l'aide du modèle de durcissement. L'évolution de chacune des contributions au durcissement est supposée être gouvernée par le module de cisaillement et par une température seuil au-delà de laquelle la contribution est annulée.

### 3. Modélisation du durcissement d'une nuance non-ODS

Le modèle de durcissement proposé pour estimer la valeur de la limite d'élasticité des nuances ODS a également été utilisé pour la nuance ferritique NR. Du fait de l'absence totale de précipités renforçant la matrice, le modèle devient linéaire :

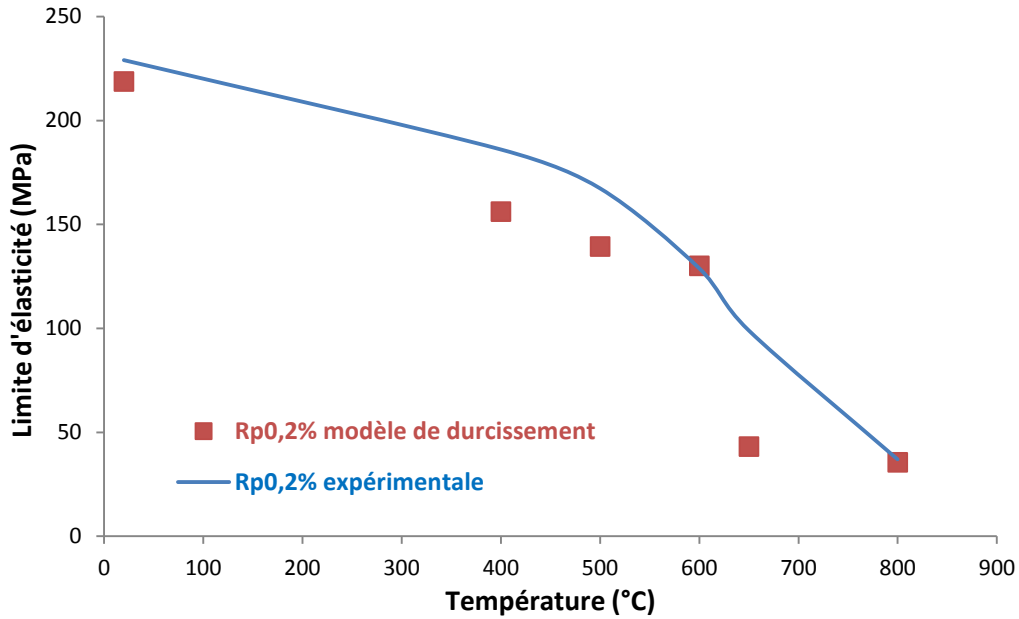
$$\sigma_{0,2\%} = \sigma_0 + \sigma_{SS} + \sigma_{JdG} + \sigma_{Disloc}$$

Comme l'illustre la Figure 161, un bon accord entre le modèle de durcissement et les données expérimentales obtenues à température ambiante est de nouveau observé confirmant ainsi la robustesse du modèle. On peut également noter que la contribution provenant des interactions entre les dislocations et les éléments en solution solide est la plus importante.



**Figure 161 :** Confrontation entre la valeur de la limite d'élasticité expérimentale et celle calculée à partir du modèle et représentation des différentes contributions de durcissement.

Les valeurs de la limite d'élasticité de la nuance dépourvue de renforts ont également été calculées pour les autres températures et sont représentées en carrés rouges sur la Figure 162. Tout comme pour les nuances ODS, la contribution des dislocations et de la solution solide sont supposées nulles respectivement au-delà de 400°C et 600°C. On note un assez bon accord entre le modèle (carrés rouges) et la courbe des données de traction (courbe bleue) malgré quelques écarts. Ces écarts entre les deux courbes observés à 400, 500 et 650°C sont probablement liés aux hypothèses de calcul. Il est possible qu'à 400°C et 500°C, le durcissement des dislocations soit toujours actif mais faible. Il en est de même pour la contribution de la solution solide à 650°C.



**Figure 162 :** Comparaison entre les résultats expérimentaux (trait plein bleu) et les résultats obtenus pour la nuance NR à partir du modèle de durcissement (carrés rouge).

#### 4. Evolution des contributions au durcissement avec la température

Il est possible d'illustrer l'évolution de la précipitation avec la température en faisant la différence entre les valeurs de limite d'élasticité, déterminées à l'aide des essais de traction sur toute la gamme de température, des nuances FoR et NR :

$$\sigma_{0,2\% \text{ FoR}} - \sigma_{0,2\% \text{ NR}} = \sigma_0 \text{ FoR} + \sigma_{SS \text{ FoR}} + \sigma_{JdG \text{ FoR}} + \left( \sigma_{Disloc \text{ FoR}}^{1,24} + \sigma_{Précipités \text{ FoR}}^{1,24} \right)^{\frac{1}{1,24}} - \sigma_0 \text{ NR} - \sigma_{SS \text{ NR}} - \sigma_{JdG \text{ NR}} - \sigma_{Disloc \text{ NR}}$$

Malgré une légère différence due aux hétérogénéités chimiques observées sur la nuance dépourvue de renforts, on peut supposer que les contributions  $\sigma_0$  et  $\sigma_{SS}$  sont les mêmes entre les nuances NR et FoR. En outre, la contribution liée aux interactions entre les dislocations et les précipités de la nuance FoR étant très élevée la contribution de la forêt est négligée.

$$\sigma_{0,2\% \text{ FoR}} - \sigma_{0,2\% \text{ NR}} = \sigma_{Précipités \text{ FoR}} + \sigma_{JdG \text{ FoR}} - \sigma_{JdG \text{ NR}} - \sigma_{Disloc \text{ NR}}$$

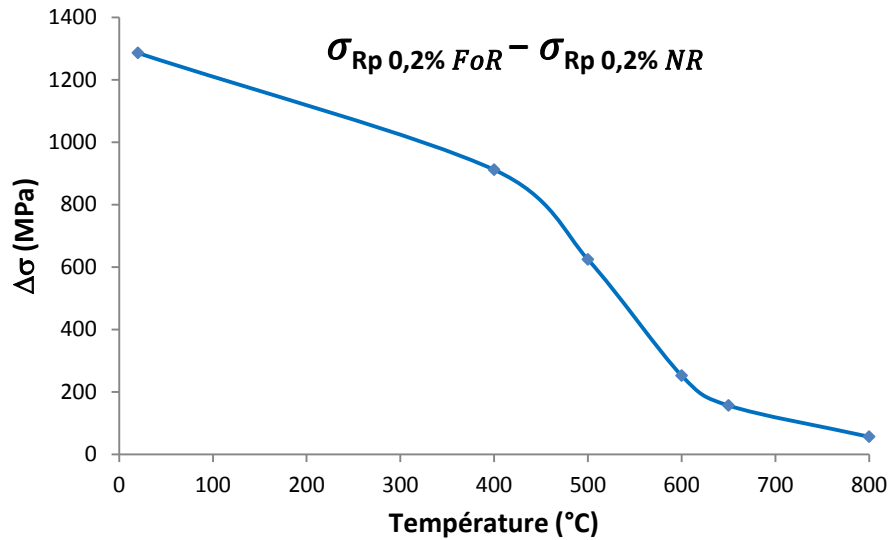
La différence des contributions  $\sigma_{JdG \text{ FoR}} - \sigma_{JdG \text{ NR}} - \sigma_{Disloc \text{ NR}}$  étant égale à environ 130 MPa, on peut supposer que :

$$\sigma_{0,2\% \text{ FoR}} - \sigma_{0,2\% \text{ NR}} - 130 \text{ MPa} \approx \sigma_{\text{Précipités FoR}}$$

A haute température, la différence entre les valeurs de limite d'élasticité des nuances FoR et NR, devient la suivante en raison de l'annulation de la contribution des dislocations :

$$\sigma_{0,2\% \text{ FoR}} - \sigma_{0,2\% \text{ NR}} - 170 \text{ MPa} \approx \sigma_{\text{Précipités FoR}}$$

Cette différence de limites d'élasticité est représentée dans la Figure 163. On remarque que l'évolution en température de la contribution de la précipitation suit l'allure des courbes de traction avec une décroissance modérée à basse température suivi d'une chute brutale (Figure 163). A partir des valeurs de durcissement par précipitation obtenues à 500, 600, 650 et 800°C, il est possible de remonter à une estimation du facteur de relaxation  $k$  à partir de la formule de Rösler et Arzt (équation VI.22). Une augmentation du paramètre  $k$  est observée lorsque la température augmente (Tableau 21).



**Figure 163 :** Différence entre la valeur de la limite d'élasticité des nuances FoR et NR permettant d'illustrer l'évolution en température de la contribution de la précipitation.

	Valeur de la contribution de la précipitation obtenue en Figure 163 (MPa)	Valeur de la contribution de la précipitation gouvernée par l'évolution du module de cisaillement (MPa)	Paramètre de relaxation $k$
500°C	625	816,8	0,64
600°C	252	762,4	0,94
650°C	157	697,0	0,97
800°C	57	611,8	0,99

**Tableau 21 :** Détermination du facteur de relaxation  $k$  à partir du modèle proposé par Rösler et Arzt [264].

L'effet de la taille de précipités est illustré à partir de la différence entre la nuance Std et la nuance GP :

$$\sigma_{0,2\% \text{ Std}} - \sigma_{0,2\% \text{ GP}} = \sigma_{0 \text{ Std}} + \sigma_{SS \text{ Std}} + \sigma_{JdG \text{ Std}} + \left( \sigma_{Disloc \text{ Std}}^{1,24} + \sigma_{Précipités \text{ Std}}^{1,24} \right)^{\frac{1}{1,24}} - \sigma_{0 \text{ GP}} - \sigma_{SS \text{ GP}} - \sigma_{JdG \text{ GP}} - \left( \sigma_{Disloc \text{ GP}}^{1,24} + \sigma_{Précipités \text{ GP}}^{1,24} \right)^{\frac{1}{1,24}}$$

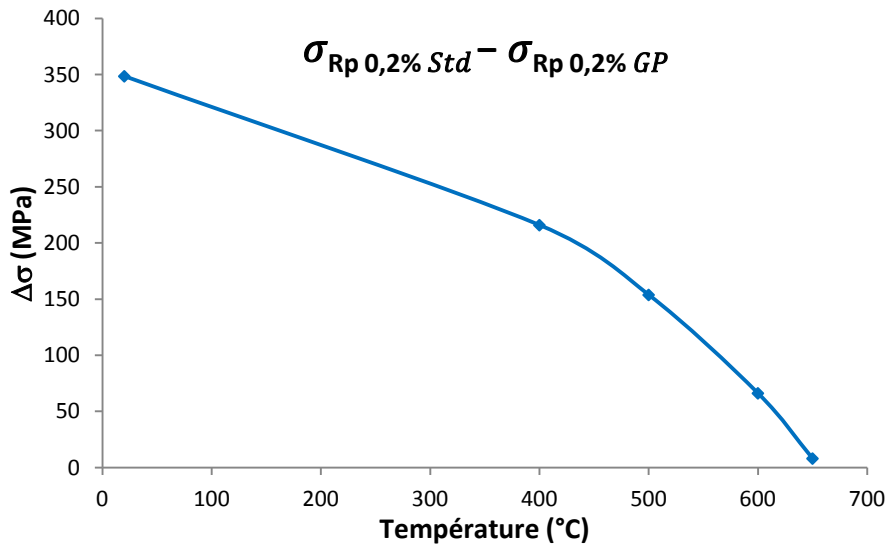
La nuance GP correspondant à une nuance Std recuite pendant une heure à 1400°C, la contribution du réseau cristallin, de la solution solide et de la taille de grain est considérée comme étant la même pour les deux nuances, car nous avons observé peu d'évolution de la microstructure de grains pendant ce traitement thermique (Tableau 8 et Figure 55, chapitre III). Ainsi, la différence des valeurs de limite d'élasticité s'écrit sous la forme simplifiée suivante :

$$\sigma_{0,2\% Std} - \sigma_{0,2\% GP} = (\sigma_{Disloc Std}^{1,24} + \sigma_{Précipités Std}^{1,24})^{\frac{1}{1,24}} - (\sigma_{Disloc GP}^{1,24} + \sigma_{Précipités GP}^{1,24})^{\frac{1}{1,24}}$$

En supposant que le durcissement lié à la densité de dislocations des nuances Std et GP soit faible par rapport au durcissement de la précipitation, on obtient :

$$\sigma_{0,2\% Std} - \sigma_{0,2\% GP} \approx \sigma_{Précipités Std} - \sigma_{Précipités GP}$$

Pour les basses températures, une évolution en température similaire à celle observée en Figure 163 est obtenue. A 650°C, la différence est quasi nulle suggérant un très faible effet de la taille des particules (tout du moins dans la gamme de tailles étudiée) sur les propriétés mécaniques aux très hautes températures (Figure 164).



**Figure 164 :** Différence entre les valeurs de la limite d'élasticité des nuances Std et GP permettant d'illustrer l'évolution en température de la contribution de la taille de précipitation.

Enfin, il est également possible d'évaluer l'évolution de l'effet Hall-Petch avec la température en comparant les nuances GP et Rc :

$$\sigma_{0,2\% GP} - \sigma_{0,2\% Rc} = \sigma_0 GP + \sigma_{SS GP} + \sigma_{JdG GP} + (\sigma_{Disloc GP}^{1,24} + \sigma_{Précipités GP}^{1,24})^{\frac{1}{1,24}} - \sigma_0 Rc - \sigma_{SS Rc} - \sigma_{JdG Rc} - (\sigma_{Disloc Rc}^{1,24} + \sigma_{Précipités Rc}^{1,24})^{\frac{1}{1,24}}$$

En supposant négligeable la contribution des dislocations par rapport aux précipités nous avons après simplification :

$$\sigma_{0,2\% GP} - \sigma_{0,2\% Rc} = \sigma_{JdG GP} - \sigma_{JdG Rc} + \sigma_{Précipités GP} - \sigma_{Précipités Rc}$$



Les deux matériaux ont subi le même traitement thermique et on s'attendait à avoir la même précipitation, ce qui ramène l'équation précédente à la différence de la contribution de la taille de grain. La tendance est à avoir globalement une croissance avec la température. Toutefois, les valeurs expérimentales de la limite d'élasticité des nuances Rc et GP sont peu différentes, avec même des valeurs pour la nuance GP inférieures aux hautes températures (Figure 165). Or, les caractérisations microstructurales montraient une taille de grain plus grande pour la nuance Rc par rapport à la nuance GP. Dans ce cas on s'aperçoit évidemment que l'on ne peut coller aux résultats. Une partie de la différence s'explique probablement par la différence de précipitation entre les deux nuances, la nuance GP contenant une précipitation légèrement plus grosse probablement du fait du problème durant le recuit. Afin de pouvoir mieux visualiser l'effet il serait intéressant de caractériser une nuance à gros précipités n'ayant pas rencontré d'incident durant le recuit à 1400°C.

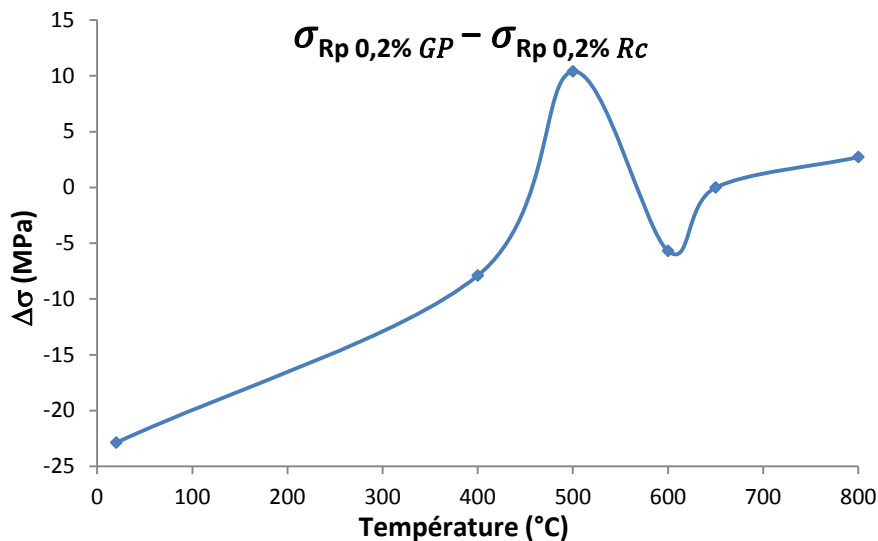


Figure 165 : Différence entre la limite d'élasticité des nuances GP et Rc.

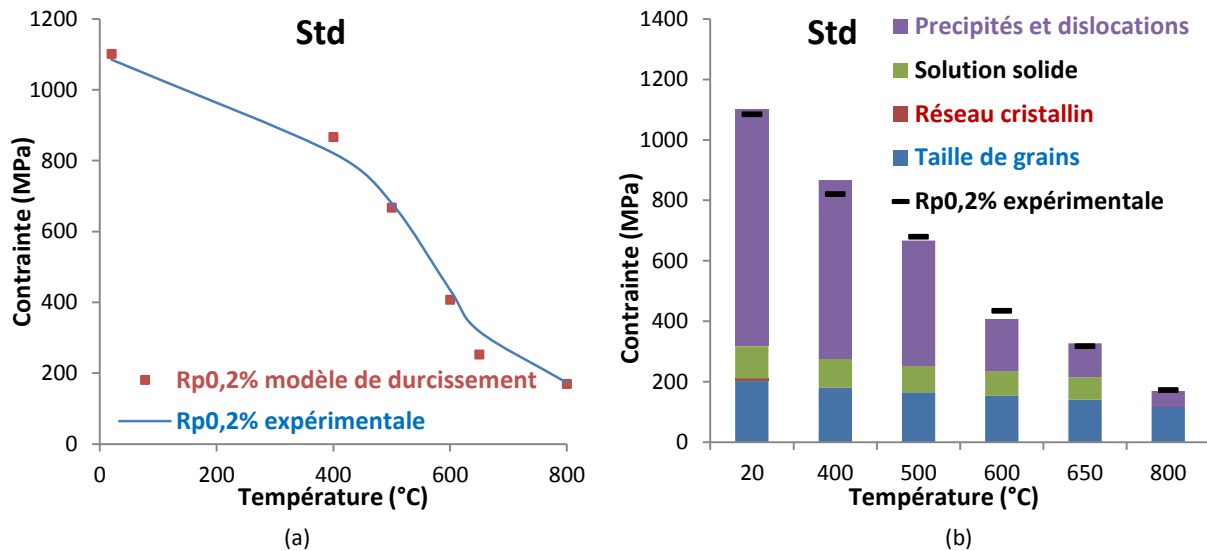
Dans le but d'évaluer l'évolution en température de la contribution des dislocations sur la limite d'élasticité, il serait par ailleurs intéressant de comparer la nuance NR avec une nuance NR pré-déformée plastiquement.

## 5. Modélisation avancée des nuances ODS aux hautes températures

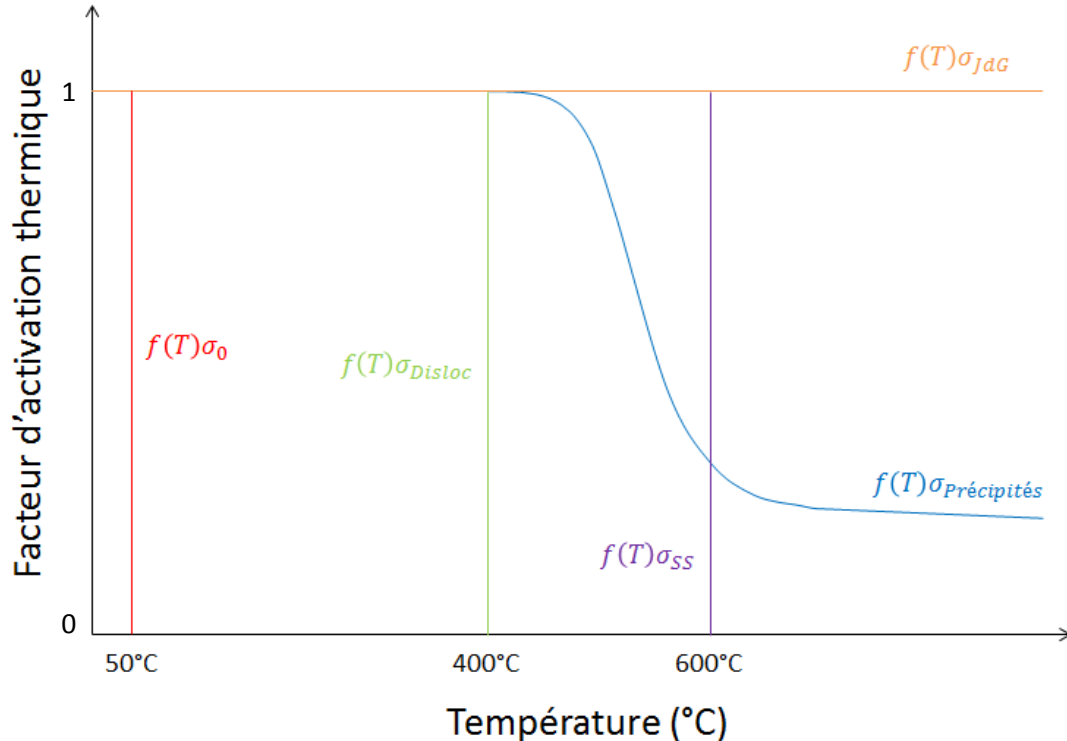
A partir du modèle de durcissement mis en place et des valeurs de la contribution de la précipitation données en Figure 163 et dans le Tableau 21, l'évolution de la valeur de la limite d'élasticité de la nuance Std avec la température a été estimée et représentée en Figure 166. Pour chacune des températures étudiées, le modèle de durcissement dépend de l'évolution en température des différentes contributions de durcissement. Comme l'illustre la Figure 167, la contribution du réseau cristallin, de la solution solide, de la taille de grains et des dislocations sont supposées suivre une évolution sous forme de fonction créneau. A l'exception du durcissement par précipitation qui, comme nous l'avons vu précédemment, est gouverné par le paramètre de relaxation  $k$  aux hautes températures, les différentes contributions au durcissement dépendent de l'évolution du module de cisaillement  $\mu$  avec la température.

On observe un bon accord entre les données expérimentales et les valeurs de limite d'élasticité estimée à partir du modèle de durcissement.

Ce modèle de durcissement a également été utilisé sur les autres nuances ODS de l'étude en Figure 168. On retrouve de nouveau un bon accord entre la courbe expérimentale (courbe bleue) et les estimations (carrés rouges) des nuances FaR et FoR. Pour les nuances STi, Rc et GP, les estimations s'éloignent un peu des valeurs expérimentales de la limite d'élasticité. On peut suspecter que cela proviennent d'un effet de taille des nanoparticules tel que proposé dans l'équation de Rösler et Arzt [264].



**Figure 166 :** Comparaison entre les données expérimentales (trait bleu) et les données issues du modèle de durcissement (carrés rouges) pour la nuance Std (a) et évolution des différentes contributions avec la température (b).



**Figure 167 :** Evolution des différentes contributions de durcissement avec la température.

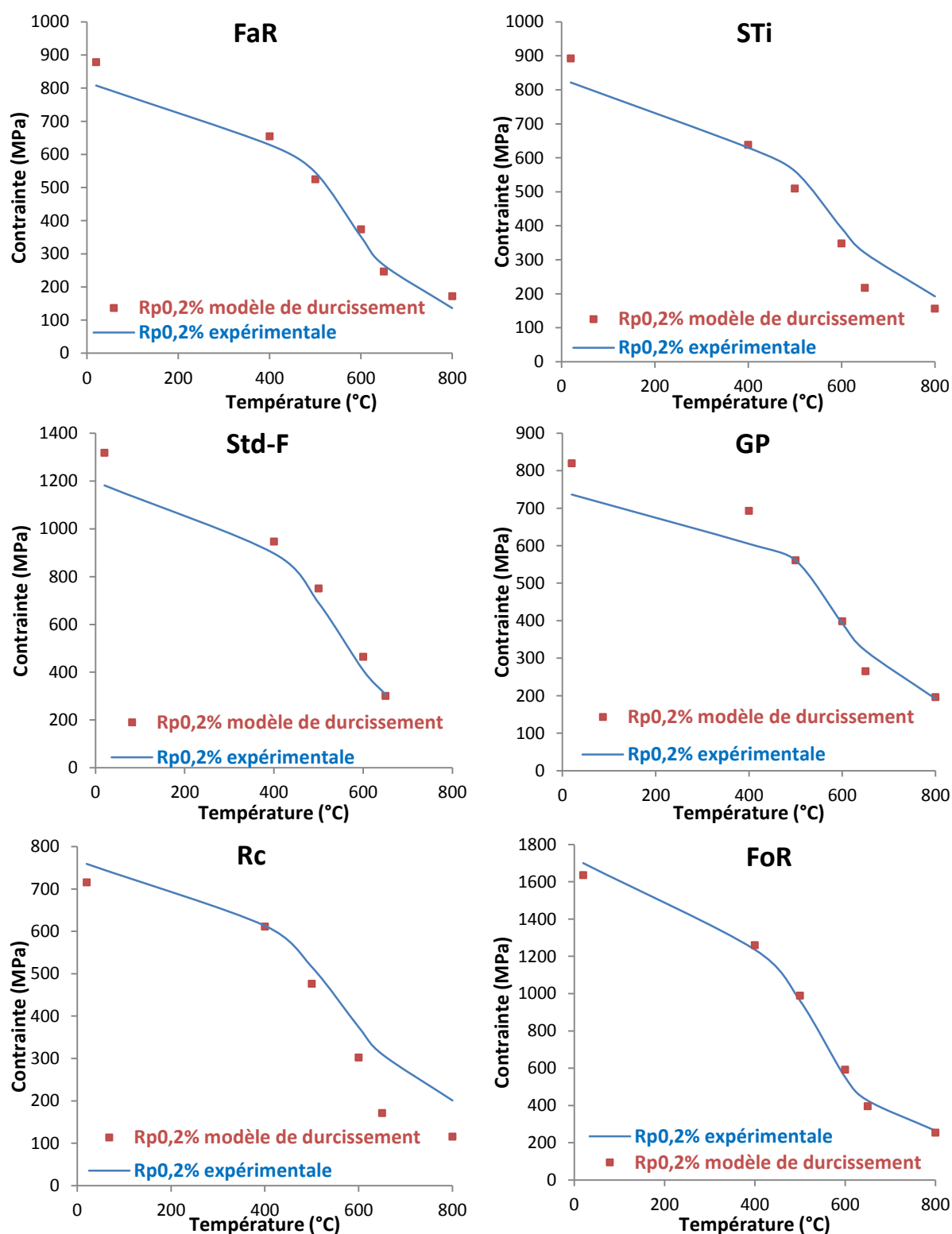


Figure 168 : Comparaison entre les données expérimentales (trait bleu) et les données issues du modèle de durcissement (carrés rouges) pour les différentes nuances ODS de l'étude.

## 6. Modélisation de l'érouissage

Comme discuté en chapitre IV, les courbes d'érouissage des aciers ODS sont composées d'un premier régime présent aux faibles déformations et correspondant à une différence de transition élasto-plastique. Cette différence de transition élasto-plastique fait que les gros grains sont rentrés

en plasticité à 0,2% de déformation alors que les grains nanométriques continuent de se déformer élastiquement. Ce régime est suivi du stade III. A partir des équations VI.4 et VI.8 et des données microstructurales résumées dans le Tableau 15, il est possible de modéliser l'écrouissage des nuances de l'étude.

$$\sigma_{Dislo} = M\alpha\mu b \sqrt{\rho_{Dislo}} \text{ équation VI.4}$$

Où M désigne le facteur de Taylor,  $\alpha$  une constante égale à 0,33,  $\mu$  le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers et  $\rho_{Dislo}$  la densité de dislocations.

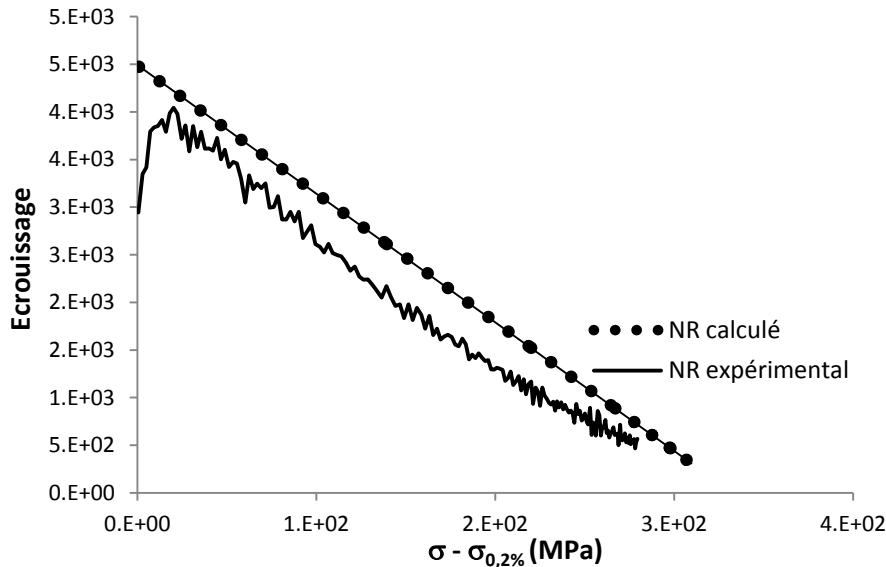
$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = M \left( k_1 \sqrt{\rho_{Dislo}} + \frac{1}{bD} + \frac{k_3}{b\lambda} - k_2 \rho_{Dislo} \right) \text{ équation VI.8}$$

Avec  $k_1$ ,  $k_2$  et  $k_3$  des constantes, D la taille moyenne de grains et  $\lambda$  la distance inter-particules.

En partant du modèle de durcissement présenté précédemment, la contrainte d'écoulement peut s'écrire de la façon suivante :

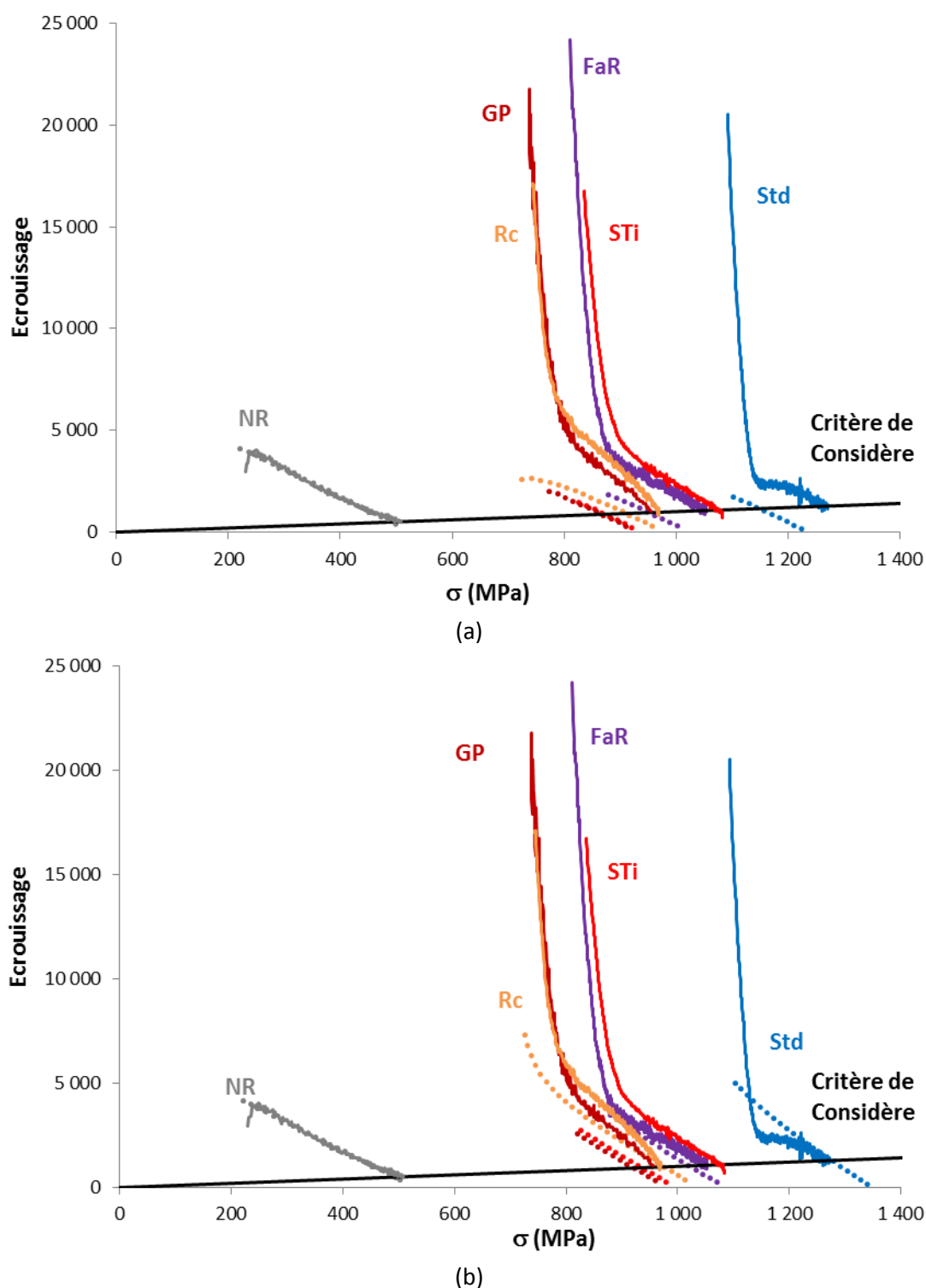
$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_{SS} + \sigma_{jdg} + \left( \sigma_{Dislo}^{1,24} + \sigma_{Précipités}^{1,24} \right)^{1/1,24}$$

Les paramètres  $k_1$  et  $k_2$  ont été ajustés à partir de la courbe d'écrouissage de la nuance NR (Figure 169). On trouve  $k_1$  égal à  $1,65 \cdot 10^8 \text{ m}^{-1}$  et  $k_2$  égal à  $9 \text{ m}^{-1}$ .



**Figure 169** : Comparaison entre les données expérimentales de la nuance dépourvue de renforts et le modèle d'écrouissage.

En utilisant les valeurs ajustées des paramètres  $k_1$  et  $k_2$  et en supposant que le paramètre  $k_3$  est égal à 0, nous avons essayé de modéliser le stade III d'écrouissage des nuances ODS de l'étude. Toutefois, on ne voit aucun accord entre les données expérimentales tracées en trait plein et les calculs tracés en rond sur la Figure 170 (a). Il est possible que cela soit dû à l'hypothèse que  $k_3$  soit nul. En ajustant le paramètre  $k_3$  ( $k_3=0,008$ ), on observe un bon accord entre les données expérimentales des nuances Std et FaR et les calculs (Figure 170 (a)). A l'inverse, la modélisation de l'écrouissage des nuances GP, Rc et STi restent éloignées des données expérimentales. Il est fort probable que les paramètres  $k_1$ ,  $k_2$  et  $k_3$  varient selon les nuances complexifiant ainsi la modélisation de l'écrouissage.



**Figure 170 :** Comparaison entre les données expérimentales (trait plein) et les données obtenues par modélisation (ronds) avec le paramètre  $k_3$  égale à 0 (a) et à 0,008 (b).

## 7. Synthèse et discussion

### 7.1. Modèle à basse température

Deux modèles de durcissement mixtes ont été utilisés et ont permis d'avoir une bonne estimation de la valeur de la limite d'élasticité pour chacune des nuances ODS étudiées. Le modèle qui présente la physique la mieux établie étant celui proposé par De Vaucorbeil et al. [308], nous

l'avons utilisé, avec un exposant égal à 1,24 correspondant aux deux types d'obstacles ponctuels (précipités et dislocations).

Que ce soit sur des aciers ODS ou des aciers non renforcés tous consolidés par compaction isostatique à chaud, le modèle de durcissement mis en place permet d'estimer convenablement la limite d'élasticité à température ambiante. En ce qui concerne la nuance ODS filée (Std-F), on aurait pu s'attendre à avoir une valeur sous-estimée de la limite d'élasticité dû au fait de la texture morphologique. Toutefois, on observe une valeur plutôt surestimée (1318 MPa) mais qui reste en assez bon accord avec la valeur de limite d'élasticité théorique (1182 MPa).

Il semble tout de même intéressant d'approfondir la modélisation de la contribution liée aux interactions entre les particules et les dislocations. En effet, lorsque la distribution de taille des nanoparticules est étalée sur une large gamme – tel qu'observé sur les nuances modèles FaR et STi – il est difficile d'avoir une bonne estimation de la contribution au durcissement à partir d'une simple taille moyenne. Il serait intéressant de calculer cette dernière à partir d'une sommation pondérée tel qu'effectuée pour l'effet Hall-Petch.

## **7.2. Evolution des différentes contributions avec la température**

L'évolution de la contribution des joints de grain et de la précipitation avec la température ont pu être tracées à partir de la confrontation de deux nuances modèles. Toutefois, aucune conclusion n'a pu en être tirée sur la contribution des joints de grain du fait de la différence de précipitation entre les nuances GP et Rc. Le durcissement par précipitation semble suivre l'allure des courbes d'évolution de la valeur de la limite d'élasticité avec la température. En ce qui concerne l'effet du durcissement par précipitation, une diminution de ce dernier semble également être observée avec la température, toutefois, au-delà de 650°C, l'effet de taille des nanoparticules est nul. On peut supposer qu'aux hautes températures le durcissement est en grande partie lié à la différence de fraction volumique de précipités. Enfin, l'évolution de la contribution de la taille de grain avec la température est supposée être principalement gouvernée par le module de cisaillement. La confirmation de cette hypothèse nécessite l'élaboration d'une nuance dont la précipitation est similaire à celle de la nuance recristallisée (déformée de 40% à froid et recuite pendant une heure à 1400°C). Les études menées en amont (annexe 2) montrent que cette nuance s'obtient après un traitement thermique d'une heure à 1400°C sans incident. Toutefois, de nombreuses études montrent la présence de glissement aux joints de grain à haute température [266, 53, 271, 269]. La contribution des joints des grains sur le durcissement ne semble donc pas seulement dépendante du module de cisaillement. Un paramètre nécessaire à prendre en compte pour décrire l'évolution des différentes contributions avec la température est bien sûr l'effet de la vitesse de sollicitation, qui peut influencer de manière différente sur chacune des contributions.

## **7.3. Modèle à haute température**

Nous avons pu modéliser l'évolution de la valeur de la limite d'élasticité de la nuance NR sur une large gamme de températures. Toutefois, cela passe par l'hypothèse de température effective au-delà de laquelle le durcissement associé devient nul. Selon Hé [65] et Alinger [190], la contribution des dislocations devient nulle à partir de 400°C. Le durcissement de la solution solide en est de même pour des températures supérieures à 600°C.

Le modèle de durcissement mis en place pour estimer la valeur de la limite d'élasticité des différentes nuances modèles renforcées par une dispersion d'oxydes a été utilisé à plus haute température. Toutefois, une différence entre les données expérimentales et le modèle est observée

à partir de 500°C confirmant l'existence du plateau « athermique » gouvernée par une simple variation du module de cisaillement. Au-delà de 500°C, le paramètre de relaxation  $k$  proposé par Rösler et Arzt [264], intervient sur le durcissement de la précipitation. Les valeurs de ce dernier ont été estimées à 500°C, 600°C, 650°C et 800°C à partir de la courbe représentant l'évolution de la contribution de la précipitation avec la température. En se basant sur les résultats de modélisation de la nuance NR et sur les valeurs du paramètre de relaxation  $k$ , l'évolution des valeurs de limite d'élasticité des différentes nuances ODS modèles a été tracée. Un bon accord est observé entre les données expérimentales et les données issues du calcul.

Toutefois, ce modèle suppose un durcissement des joints de grain toujours présent à 800°C et dépendant uniquement de la variation du module d'Young :

$$\sigma_{JdG} = \sum f_{Si} \frac{k_{JdG}}{\sqrt{D_i}} \frac{\mu_{(T)}}{\mu_{Amb}}$$

Avec  $\mu_{(T)}$  le module de cisaillement à la température  $T$  et  $\mu_{Amb}$  le module de cisaillement à température ambiante. Toutefois, les données mécaniques ainsi que l'étude des mécanismes de déformation montrent la présence de glissement aux joints de grain aux hautes températures.

Selon Hé [65] et Alinger [190], le durcissement par les joints de grain aurait dû être négligeable dès 400°C. Or, en considérant cette hypothèse comme vraie, il n'y aurait plus aucune contribution active pour estimer la valeur de limite d'élasticité de la nuance NR à 650 et 800°C. Il est possible de vérifier l'existence d'un durcissement des joints de grain à haute température en reprenant le concept des mesures de nanoindentation que nous avons réalisé (gros grains/petits grains) mais ce coup-ci en température.

Enfin, les valeurs du paramètre de relaxation  $k$  obtenues à 650°C ( $k=0,96$ ) et à 800°C ( $k=0,99$ ) sont plus importantes que celles proposées dans la littérature [22, 81, 310]. En outre, ces valeurs devraient conduire à un mécanisme de déformation non plus contrôlé par l'interaction attractive entre la dislocation et la particule après franchissement mais par la montée de la dislocation. Il est donc probable que la croissance observée du facteur  $k$  avec la température prenne en partie en compte une variation de la contribution de Hall-Petch.



## VII. Conclusions et perspectives

Le travail de cette étude s'inscrit dans un programme mené au CEA pour le développement d'une nouvelle génération de réacteurs nucléaires. L'objectif principal est d'affiner la compréhension des mécanismes de déformation d'aciers ferritiques renforcés par une fine dispersion d'oxydes et en particulier d'évaluer l'effet de la microstructure sur le comportement d'aciers ferritiques Fe-14Cr ODS.

Cette étude de la plasticité des aciers ODS passe par une étude du rôle des différents paramètres microstructuraux sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques. Le procédé d'élaboration par filage, généralement utilisé pour consolider des aciers ferritiques renforcés par une fine dispersion d'oxydes, engendre une microstructure très complexe. Différents matériaux dits « modèles » ont été élaborés par compaction isostatique à chaud en faisant varier de manière contrôlée les différents paramètres microstructuraux afin d'en analyser les effets sur le comportement mécanique. Contrairement aux nuances élaborées par filage, ces nouveaux matériaux base Fe-14Cr sont dépourvus de texture morphologique et cristallographique. Une approche multi-échelle a été utilisée dans le but de faire un lien entre la microstructure des différentes nuances élaborées et les propriétés mécaniques associées.

Sept nuances ont été élaborées et caractérisées. Les différentes nuances présentent les caractéristiques suivantes : des teneurs de renforts différentes (FaR, Std et FoR), une taille de précipitation plus importante (GP), une chimie des nanoparticules différente (STi) et une taille de grain plus grande (Rc). Ainsi, grâce à ces différentes nuances, l'effet de la précipitation, l'influence du taux de renforts, l'influence du titane ainsi que l'influence de la taille de grain sur la microstructure et les propriétés mécaniques ont pu être étudiés.

La microstructure des nuances étudiées a été définie à l'aide de diverses techniques de caractérisation (MEB, MET, DXPA, DRX ...). Les cartographies obtenues en MEB-EBSD mettent en évidence l'apparition d'une distribution bimodale (voire multimodale) de taille de grain avec l'ajout de nano-renforts. Une diminution de la taille de grain avec un taux de renforts croissant a également été observée. Les mesures de DXPA montrent une augmentation de la fraction volumique de précipités avec le taux de renforts. Cette augmentation de la fraction volumique induit ainsi un fort ancrage des joints de grain, en accord avec la description de l'effet Zener, justifiant aussi la tendance à affiner la taille de grain. En l'absence de titane, un rayon moyen des précipités plus élevé a été mesuré confirmant le rôle du titane sur l'affinement de la taille des précipités. En parallèle, des mesures de dilatométrie et de calorimétrie ainsi que des calculs Thermo-Calc ont permis de mettre en évidence un effet du titane sur l'évolution de la structure de la matrice. En effet, lorsque la teneur massique en titane est faible voire nulle, la teneur en carbone, présent en solution solide, augmente, étirant ainsi le domaine austénitique vers de plus fortes teneurs en chrome. Cela permet d'expliquer pourquoi les nuances NR, FaR et STi possèdent des hétérogénéités chimiques qui se manifestent par la présence de zones appauvries en chrome et en tungstène. Un effet taille de grain semble également jouer sur la vitesse critique de refroidissement au-delà de laquelle une partie (ou la totalité selon la vitesse de refroidissement) de l'austénite formée pendant la chauffe se transforme en martensite.

Les essais de traction montrent une évolution de la valeur de la limite d'élasticité avec la température similaire entre chacune des nuances de l'étude, indiquant que les mécanismes de déformation sont les mêmes pour les différents nuances modèles et que les paramètres microstructuraux n'influencent pas sur ces derniers.

A basse température, la limite d'élasticité est plus élevée lorsque le taux de renforts augmente. En effet, un taux de renforts plus élevé est associé à une augmentation de la fraction volumique induisant ainsi une diminution de la distance inter-particules et donc un durcissement du matériau (augmentation de la contrainte nécessaire au franchissement des précipités). Cependant, ce gain mécanique s'accompagne d'une perte de ductilité. Une diminution de la taille moyenne des particules permet aussi d'augmenter la résistance mécanique des nuances ODS. Des expériences de déformation à basse température dans un Microscope Electronique en Transmission (MET *in situ*) mettent en évidence une déformation intragranulaire gouvernée par un fort ancrage des dislocations par les nanoparticules confirmant que le paramètre microstructural qui contribue majoritairement au durcissement correspond à la précipitation.

A des températures plus élevées, une chute de la valeur de la limite d'élasticité est observée. Différents mécanismes de déformation thermiquement activés (vieillessement dynamique, franchissement de précipitation par montée/glisement, ...) interviennent dans ce régime et une compétition entre les déformations intragranulaire et intergranulaire est suspectée.

Aux hautes températures, la valeur de la limite d'élasticité des nuances STi, Std, GP et Rc sont proches. Ainsi, le durcissement généré par la réduction de la taille des nanoparticules ou par l'augmentation de la fraction volumique de ces derniers est plus faible à haute température. En outre, l'évolution de la valeur de la limite d'élasticité semble repartir dans une décroissance plus modérée. Ce dernier régime semble être gouverné par la plasticité des joints de grain, mis en évidence en MET *in situ* et traction interrompu avec corrélation d'images. Cela se traduit par un fort endommagement intergranulaire accentué par des phénomènes d'oxydation à chaud.

Les courbes d'allongement total, obtenues en traction sur une large gamme de température, se décrivent par un plateau athermique à basse température suivi d'un pic d'allongement, observé à plus haute température sur chacune des nuances ODS modèles. L'origine de ce pic d'allongement est apparemment double et diffère selon les nuances. Il peut être lié soit à un pic de viscosité (aussi appelé pic de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation), soit à un pic de ductilité à priori associé à un phénomène de superplasticité. Au-delà de ce pic d'allongement, un fort endommagement intergranulaire est observé sur les nuances ODS. A l'inverse, l'allongement de la nuance ferritique non-renforcée continue d'augmenter avec la température jusqu'à atteindre 100% à 800°C.

En ce qui concerne les propriétés en fluage, les aciers renforcés par une fine dispersion d'oxydes sont connus pour leur faible domaine de fluage tertiaire synonyme d'endommagement. Hormis la nuance ferritique sans renforts, cette absence du régime tertiaire a été confirmée sur les différentes nuances renforcées.

Une meilleure tenue en fluage (temps à rupture augmenté et vitesse de fluage secondaire diminuée) a été observée lorsque le taux de renforts est augmenté. Cependant, cela s'accompagne d'une perte de ductilité à rupture. La nuance recristallisée Rc présente des propriétés en fluage très intéressantes (temps à rupture élevé, ductilité à rupture élevée, vitesse de fluage secondaire faible) et ce notamment sous faible contrainte à 650°C. Les exposants de Norton des aciers ODS ferritiques sont élevés (entre 9 et 14). Ces valeurs proches suggèrent des mécanismes de déformation en fluage

identiques pour les différentes nuances renforcées. Au contraire, la nuance ferritique non renforcée présente un exposant de Norton compris dans la gamme des aciers conventionnels. Cette différence d'exposant est cohérente avec l'existence d'une contrainte seuil dans le cas des nuances renforcées.

Enfin, des coupes longitudinales réalisées sur des éprouvettes de fluage rompues prélevées dans la nuance Std, testées à 650°C, mettent en évidence un effet de la charge appliquée sur l'endommagement. En outre, l'étude microstructurale d'un essai de fluage à 650°C sous une charge faible et interrompu dans le régime stationnaire montre un endommagement au niveau des zones à petits grains et ce durant le stade secondaire.

Un modèle de durcissement mixte, en très bon accord avec la limite d'élasticité expérimentale à température ambiante, a été mis en place. Ces calculs théoriques confirment également l'augmentation de la contribution de durcissement par les précipités lorsque le taux de renforts augmente. Les valeurs de limite d'élasticité aux hautes températures ont également été estimées à partir du modèle de durcissement. Toutefois, ce dernier sera à affiner au niveau de l'effet des joints de grain à haute température.

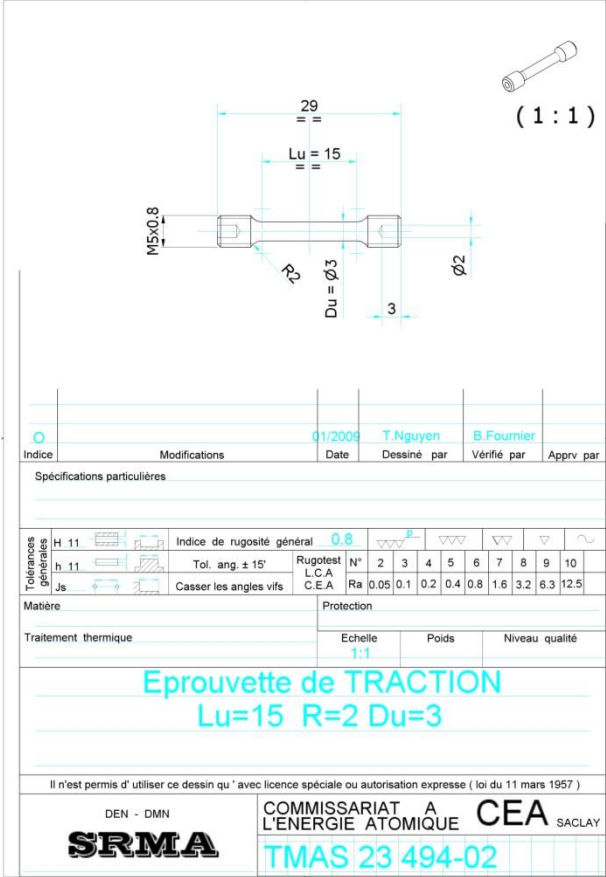
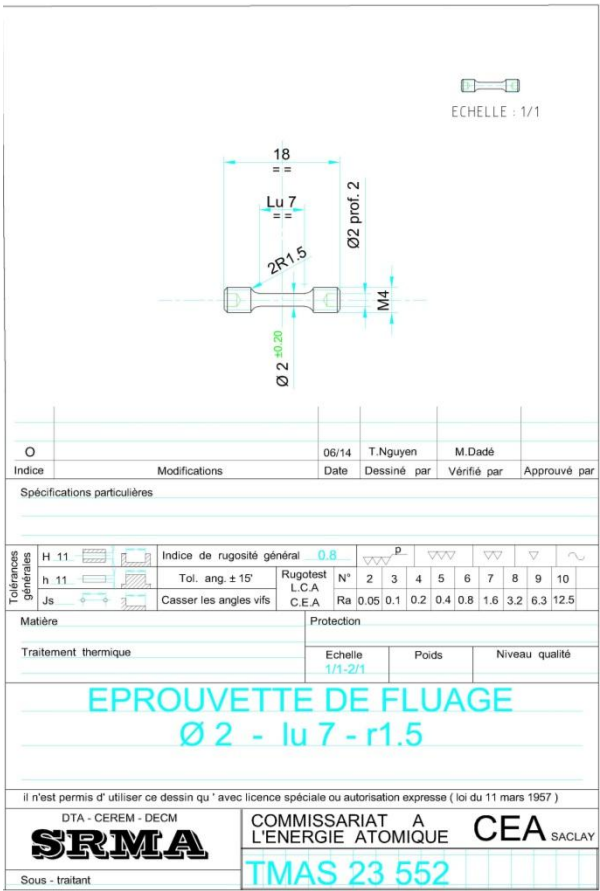
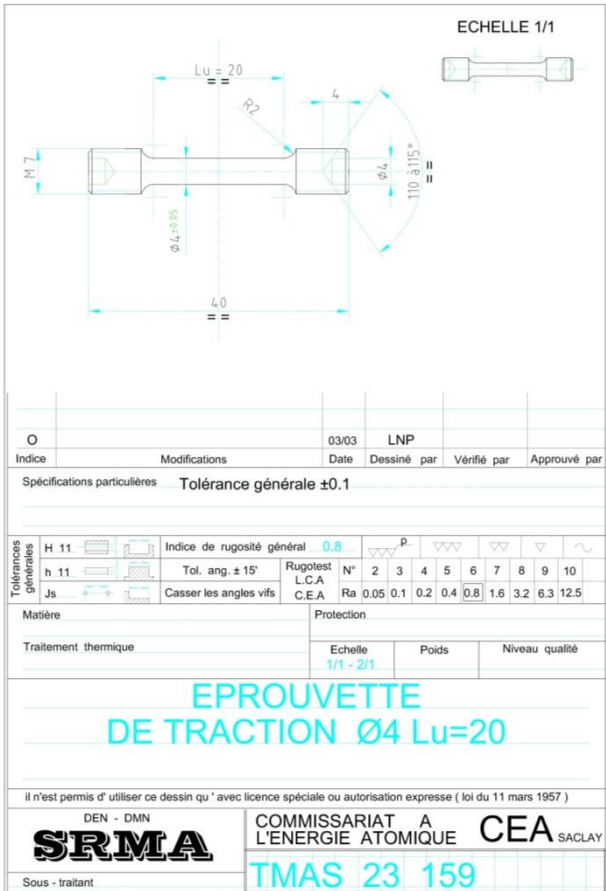
Les premiers éléments de comparaison montrent que la contribution de précipitation suit l'évolution des valeurs de la limite d'élasticité confirmant l'activation thermique des phénomènes de franchissement. Il serait intéressant de voir l'effet des dislocations à partir de la nuance NR prédéformée plastiquement et testée sur la gamme de température.

Dans cette étude, il a été observé que pour améliorer les propriétés en traction (limite d'élasticité, résistance maximale) et en fluage (diminution de la vitesse de fluage secondaire, gain sur le temps à rupture), il faut augmenter la fraction volumique de renforts. Toutefois, l'effet de la fraction volumique sur les propriétés mécaniques est limité par une perte de ductilité comme illustré par la nuance FoR. En outre, une fraction volumique élevée de nanoparticules induit un effet néfaste sur la recristallisation. A haute température, les nuances STi et Rc présentent un comportement proche de la nuance Std cependant la nuance dépourvue de titane présente des hétérogénéités chimiques. Les bonnes propriétés mécaniques en température (traction et fluage) de la nuance recristallisée soulignent le potentiel d'une nuance recristallisée sans modification notable de la précipitation. Il serait donc intéressant de vérifier cela sur une nuance Std-F déformée de 70% par compression à froid et recuite pendant une heure à 1150°C. La caractérisation mécanique et microstructurale d'une nuance à gros précipités n'ayant pas fondu lors du traitement thermiquement pendant une heure à 1400°C permettrait de mieux faire ressortir l'effet de la taille de grain.

Afin de compléter ces travaux sur la recristallisation, la thèse de Benjamin HARY (SRMA/LA2M université Paris-Sud 11) traite plus en détail l'influence du procédé et du taux de renforts sur le phénomène de recristallisation. Il serait également intéressant de faire un travail analogue à notre étude, mais ce coup-ci sur des matériaux irradiés.



Annexe 1 : Plans des éprouvettes de fluage





## Annexe 2 : Traitements thermiques et thermomécaniques

Différents traitements thermiques et thermomécaniques ont été réalisés afin de fixer les conditions idéales pour élaborer la nuance à gros précipités et la nuance à gros grains. Une différence de cinétique de recristallisation a été observée entre des aciers ODS consolidés par CIC et par filage. En effet, après une déformation de 40% à froid suivie d'un recuit d'une heure à 1450°C, la nuance filée présente une microstructure quasiment recristallisée ce qui n'est pas le cas de la nuance CIC. Une condition de recristallisation optimale (microstructure recristallisée sans croissance des nanoparticules) a été trouvée : 70% de déformation à froid + recuit 1150°C pendant une heure. En outre, il a été démontré que pour des temps de recuit courts, l'évolution des nanoparticules est gouvernée par la température. Cette étude préliminaire a conduit à une publication sur l'effet du mode de consolidation sur la cinétique de recristallisation [311].

La texture mesurée après recristallisation étant différente de celle obtenue à l'état initial, des analyses de texture, aux différentes étapes des traitements thermomécaniques, ont été réalisées sur les nuances Std-F et Std afin de comprendre leur évolution.

- A l'état initial, l'acier Std-F exhibe une texture cristallographique très prononcée de type  $\langle 110 \rangle$ . A l'inverse, la nuance Std ne présente aucun signe de texture cristallographique.
- Après déformation à froid de la nuance Std-F, une texture de type  $\langle 111 \rangle$  est observée (Figure 171). La représentation d'Euler montre une texture de fibre  $\gamma$  (Figure 172). Au contraire, l'acier Std présente une double texture de fibre : une fibre  $\alpha$   $\langle 100 \rangle$  et une fibre  $\gamma$   $\langle 111 \rangle$  (Figure 173 et Figure 174).
- Bien que l'intensité soit plus faible, la nuance recristallisée conserve la texture de fibre  $\gamma$  (Figure 175 et Figure 176).

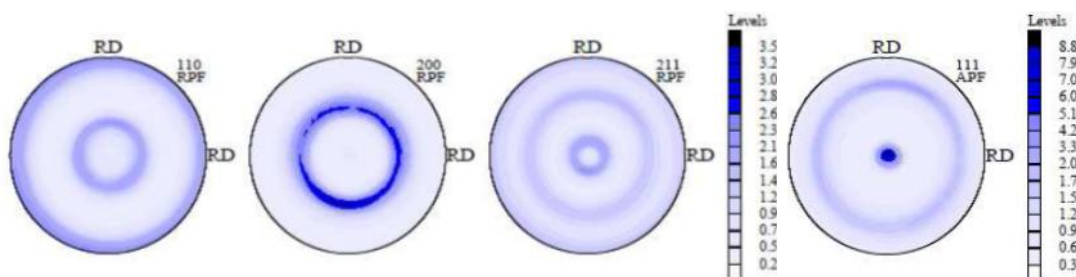


Figure 171 : Figures de pole de l'échantillon Std-F déformé à froid de 40% par compression.

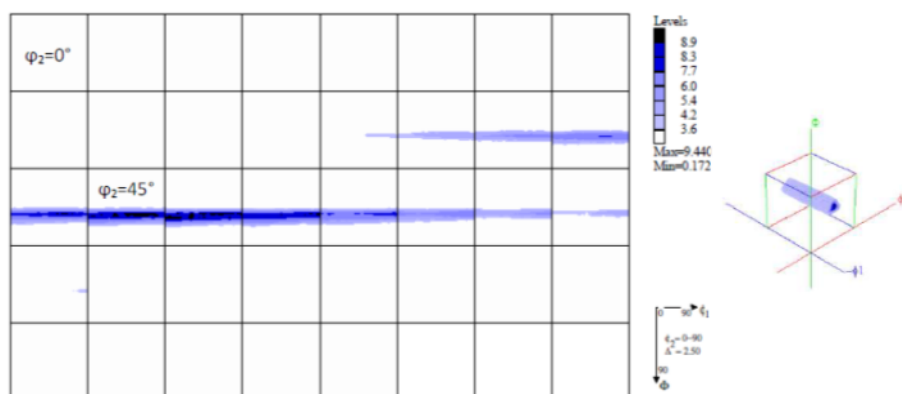


Figure 172 : Représentation dans l'espace d'Euler de la texture de fibre après compression à froid sur la nuance Std-F.



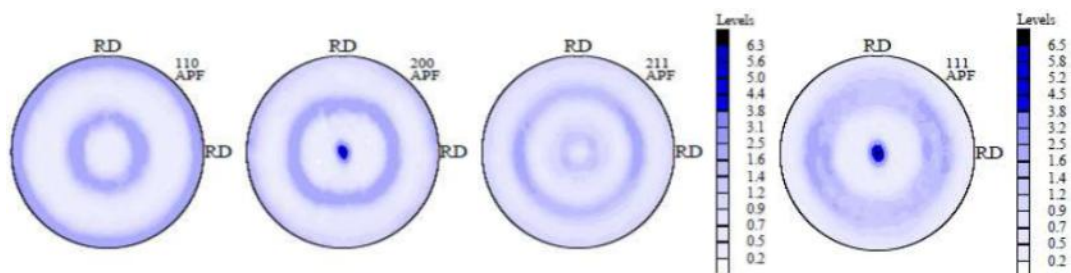


Figure 173 : Figures de pole de l'échantillon Std déformé à froid de 40% par compression.

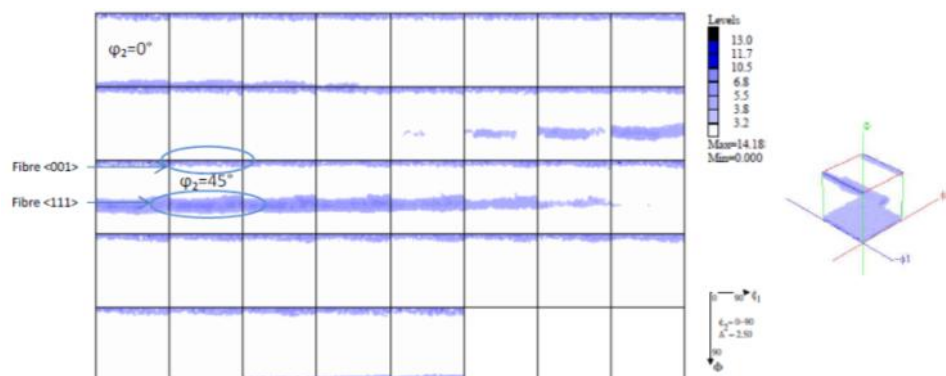


Figure 174 : Représentation dans l'espace d'Euler de la texture de fibre après compression à froid sur la nuance Std.

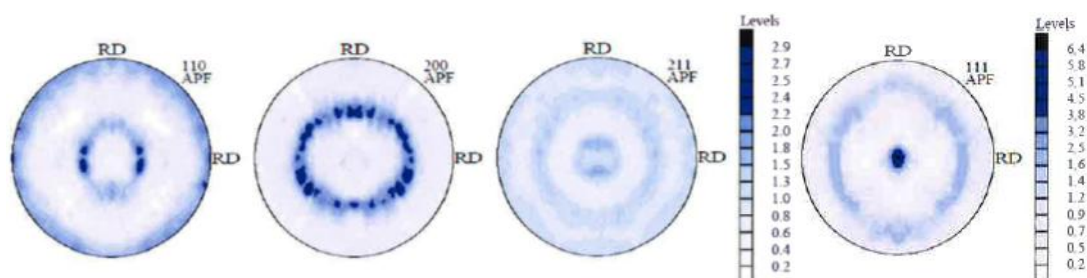


Figure 175 : Figures de pole de l'échantillon Std-F déformé à froid de 40% par compression puis recuit à 1450°C.

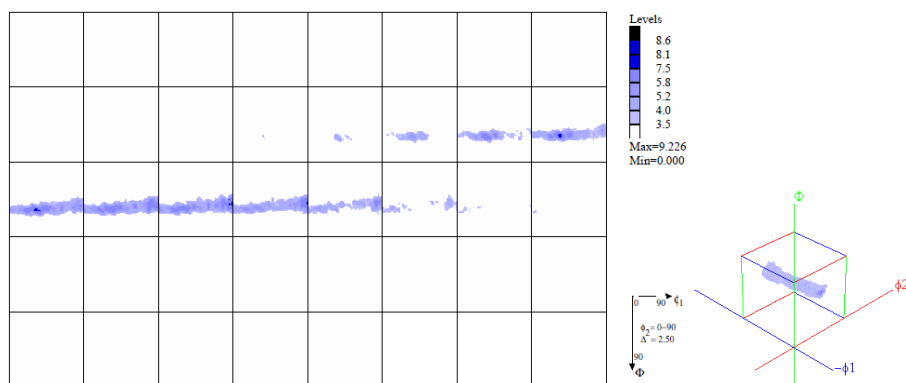


Figure 176 : Représentation dans l'espace d'Euler de la texture de fibre après recristallisation.

# Influence of consolidation methods on the recrystallization kinetics of a Fe-14Cr based ODS steel.

M. Dadé<sup>a,\*</sup>, J. Malaplate<sup>a</sup>, J. Garnier<sup>a</sup>, F. De Geuser<sup>b,c</sup>, N. Lochet<sup>a</sup>, A. Deschamps<sup>b,c</sup>

<sup>a</sup> CEA, DEN, DANS, DMN, Service de Recherches Métallurgiques Appliquées, 91191 Gif-Sur-Yvette, France

<sup>b</sup> Univ. Grenoble Alpes, SIMAP, F-38000 Grenoble, France

<sup>c</sup> CNRS, SIMAP, F-38000 Grenoble, France

\* Corresponding author E-mail address : [mickaël.dade@cea.fr](mailto:mickaël.dade@cea.fr)

---

## ABSTRACT

The recrystallization behavior during thermal annealing with or without prior cold work has been investigated in a 14%Cr ODS steel consolidated by two different methods, hot extrusion (HE) and hot isostatic pressing (HIP).

We show that a 1400°C-1h annealing induces an increase of the oxide nanoparticles radius from 1.3 to 3 nm, however the grain size remain stable despite a recovery of sub-grain boundaries for the hot extruded material.

When pre-deformation is applied before annealing, almost full recrystallization can be achieved on the HE ODS steel. In this study, we show recrystallization after 40% cold deformation and annealing 30 min at 1450°C together with coarsening of oxide particles. At lower temperature and higher pre-deformation (70%-1150°C/30min), we show that recrystallization can be achieved without change of the oxide size distribution.

We show that due to a lower initial dislocation density, recrystallization is strongly delayed, by at least 250°C, in the HIP material. Finally, we show that the evolution of the size of the oxide precipitates is controlled by the time and temperature of annealing and are independent on the pre-deformation and occurrence of recrystallization.

**Keywords:** ODS steel, Thermal stability, Recrystallization, XRD, SAXS

---

## 1. INTRODUCTION

For the next generation of nuclear reactors (GEN IV), ferritic steels strengthened by a fine oxide dispersion (also called ODS for Oxide Dispersion Strengthened) are approached as material for fuel cladding. This position is due to their excellent resistance to swelling under irradiation provided by their BCC structure [1-4] and to their good mechanical strength at service temperatures, more particularly creep, resulting from dislocation pinning by the fine dispersion [5-6] of oxides, which have a remarkable stability at high temperature [7-9].

ODS steels are generally elaborated by powder metallurgy involving high energy milling of  $Y_2O_3$  and metallic powders, followed by a consolidation via hot extrusion or hot isostatic pressing. High Chromium containing hot extruded ferritic ODS steels exhibit a morphological and crystallographic {110} fiber texture generating an anisotropy of mechanical properties [10-11]. Particularly, these alloys show poor mechanical properties in the transverse direction [12]. Because of their high Cr concentration, these steels do not transform to austenite at high temperature and therefore it is not possible to erase by heat treatment the deformation texture and grain morphology, like in lower Chromium martensitic steels [13]. Therefore, recrystallization is the only way by which a more isotropic grain microstructure could be achieved.

Generally, recrystallization of ferritic steels is observed to occur at temperatures from 60% of their melting point and upwards [14]. However, Réglé and co-workers have shown that recrystallization of ODS ferritic steels occurs only above a temperature of the order of 90% of the melting point [15]. This increase of the recrystallization temperature is essentially attributed to the pinning of grain boundaries by the stable nano-precipitates. The studies from Ukai and co-workers and Zhong and co-workers have underlined the dramatic effect of the nanoparticles (size distribution and density but also coherency with the matrix) on the recrystallization temperature [16-17]. Many

studies have been conducted to find a way to reduce the recrystallization temperature of ferritic ODS steels [14, 19]. Like other authors, such as Capdevilla et al. or Chen et al. [20-22], Réglé and co-workers have shown that the recrystallization temperature decreases with increasing the level of deformation when the material is cold worked as compared to hot deformation [15, 19].

The aim of the present contribution is to evaluate, on a ferritic 14%Cr ODS steel, the possibility to obtain recrystallization conditions, while monitoring the evolution of the distribution of oxide particles due to the combination of deformation and heat treatment. Samples of a hot extruded ferritic ODS rod have been cold worked to different levels and heat treated at temperatures ranging from 850 to 1450°C. The evolution of morphological and crystallographic texture has been monitored by Scanning Electron Microscopy (SEM) observations as well as X-ray texture characterization. Transmission Electron Microscopy (TEM) observations and Small-Angle Scattering (SAS) measurements have been performed to determine the oxide size distribution.

In parallel, another objective of this contribution is to evaluate the role of the initial processing method on the ability of the ODS steel to recrystallize. Thus, the recrystallization conditions determined on the extruded steel have been applied on the same grade of ferritic ODS steel, which was consolidated by Hot Isostatic Pressing (HIP), so that it presented a much more random initial texture and more equiaxed grain morphology. The microstructure after these processing steps was studied in the same way as for the other materials.

## 2. MATERIALS AND METHODS

The ferritic ODS steels were produced by mechanical alloying. The powder was canned and annealed at 300°C during two hours to reduce oxygen content. Then, it was consolidated at 1100°C according to two methods: Hot Extrusion (HE) or Hot Isostatic Pressure (HIP). The nominal composition (in wt.%) of both end materials is: Fe-14Cr-1W-0.3Ti-0.3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

For the recrystallization study, samples of HE materials (Internal CEA material reference J56) were deformed at room temperature by compression in the extrusion direction at strain levels ranging from 10% to 70% (Fig. 1) and then annealed at different temperatures up to 1450°C for 30 minutes. HIPed samples (Internal CEA material reference K05) were also deformed in similar conditions.



Fig. 1. Samples of HE material cold deformed at different rates.

Micro-hardness measurements under 1 kg loading were first performed to qualitatively evaluate the occurrence of recrystallization. Microstructural observations were conducted by Scanning Electron Microscopy (SEM) on a JEOL JSM-7001FLV apparatus with a voltage of 15 kV. Transmission Electron Microscope (TEM) investigations were carried out on a JEOL 2010F microscope operating at 200 kV in order to observe nanoscale precipitates. Furthermore, Small Angle X-ray Scattering measurements (SAXS) were performed on foils of thickness in the range of 30-70 µm. The X-ray source was a rotating anode, working with the wavelength  $\lambda_{\alpha}$  of molybdenum. The X-ray signal was detected using a 2D PILATUS detector, whose settings allowed the removal of the constant fluorescence background from Cr and Fe. The sample-to-detector distance, 1.276 m, was chosen to cover the range of scattering vectors (0.215 nm<sup>-1</sup> to 6.14 nm<sup>-1</sup>). The scattering vector is given by  $q = \frac{4\pi}{\lambda} \times \sin\theta$  with  $\lambda$  the wavelength and  $\theta$  the half scattering angle [23]. Texture analyses were also conducted using X-ray diffraction (XRD) on a Bruker D8 Discover A25 equipped with a copper anticathode.



### 3. RESULTS

#### 3.1. Evolution of the microstructure during high temperature annealing (without cold working).

In a first stage, samples of HE and HIPed materials were annealed at high temperature to evaluate the occurrence of recrystallization / grain growth in the studied ODS steels due to the remaining defect density from the prior processing, that has been reported in the literature. Two temperatures were chosen for this purpose, one below 90% of the melting point (1300°C) and one above (1400°C).

##### 3.1.1. Heat treatment on HE material

After a heat treatment of 1h at 1300°C, Zhong et al. observed that in their reference sample, presenting the same composition and conditions of elaboration as the HE material in this paper, the precipitate size grows by a factor of about 1.4, without any sign of recrystallization or grain growth [17]. To complete this observation, we evaluated the effect of a heat treatment of 1h at 1400°C on a HE sample. The as received oxide precipitation as determined by SAXS presented a mean radius and density of respectively 1.3 nm and  $1.0 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-3}$ . After annealing for 1h at 1400°C, the average size of nanoparticles is measured at 3.7 nm with a density of  $7.0 \cdot 10^{22} \text{ m}^{-3}$ , therefore a two-fold increase in radius and a corresponding eight-fold decrease of the number density. As shown in Figure 2, the microstructure after annealing still presents the characteristic elongated grain structure parallel to the extrusion direction, showing that no complete recrystallization has taken place. A slight degree of abnormal grain growth is observed on the micrographs; also, the grain size distribution shows an evolution due to the recovery of sub-grain boundaries. Furthermore, coarse precipitates, observed in the initial microstructure (Fig. 2a) have also grown (Fig. 2b).

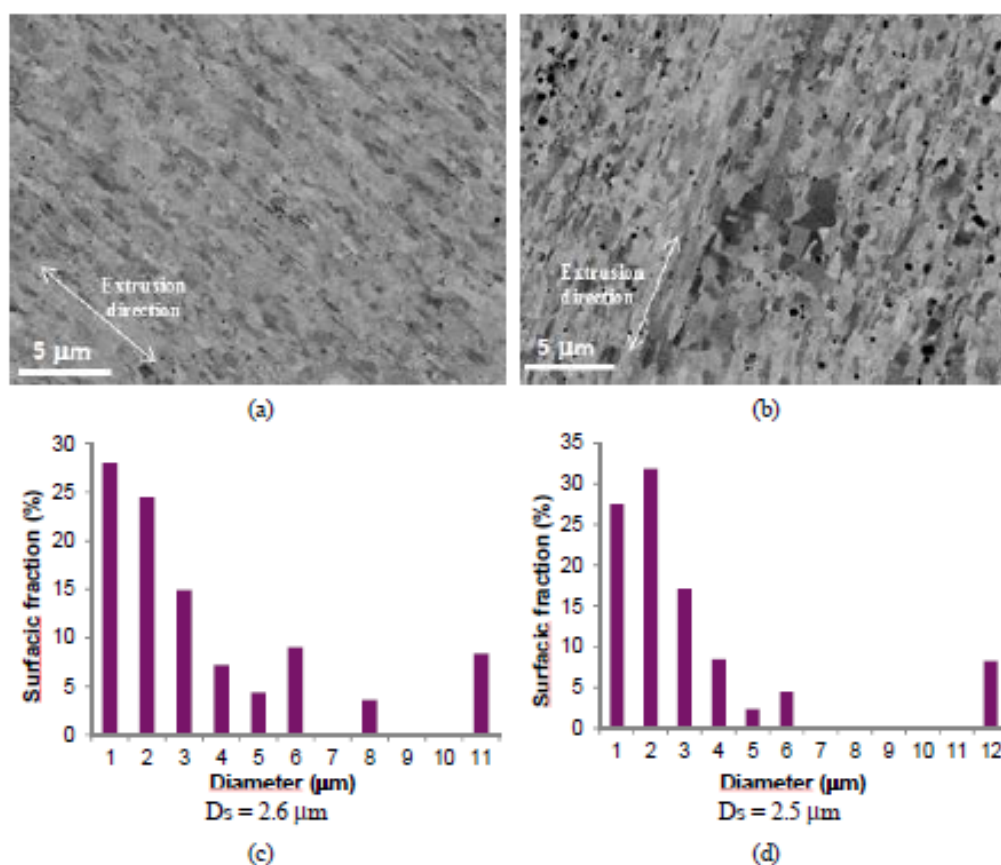


Fig. 2. SEM micrographs of (a) the as-received hot extruded material and (b) after heat treatment (1400°C/1h). EBSD grain size distribution with mean misorientation larger than 5° of (c) the as-received sample and (d) the annealed sample.

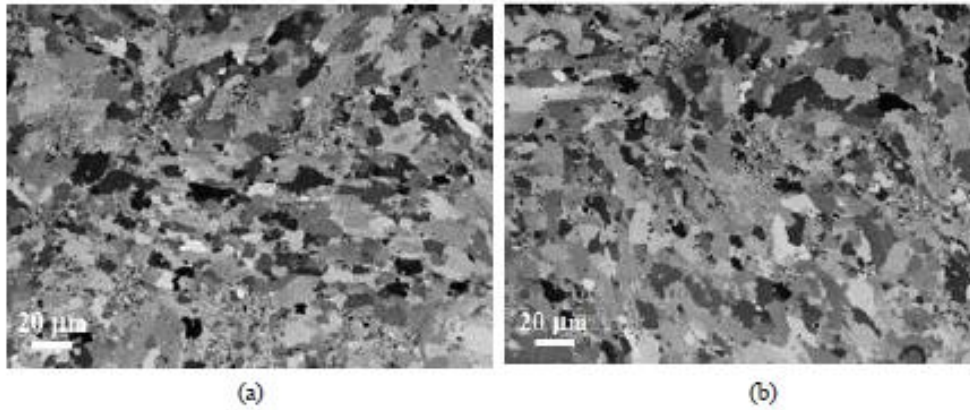
### 3.1.2. Heat treatments on the HIPed material

The HIPed material was annealed for three different conditions: 1h at 1300°C, 1h at 1400°C and 3h at 1400°C. The size distribution and the density of nanoparticles were determined respectively by SAXS and TEM for each condition, they are displayed in Table 1.

	Mean radius (nm)	Density (m <sup>-3</sup> )
Room temperature	1.3± 0.01	1.1.10 <sup>+23</sup> ± 7.5.10 <sup>+21</sup>
1h at 1300°C	2.2± 0.02	7.1.10 <sup>+22</sup> ± 4.8.10 <sup>+21</sup>
1h at 1400°C	3.4 ± 0.02	3.2.10 <sup>+22</sup> ± 2.3.10 <sup>+21</sup>
3h at 1400°C	4.4± 0.03	1.3.10 <sup>+22</sup> ± 1.6.10 <sup>+21</sup>

Table 1. Evolution of size and density of nanoparticles with different temperature/time heat treatments.

The initial average radius of nano-precipitates for the HIPed material was 1.3 nm with a density of 1.1.10<sup>23</sup> m<sup>-3</sup>. Both of these values match closely those of the HE material. After annealing, the nanoparticles density decreases and the precipitates size increases with increasing temperature and time (Table 1). The shape of the nanoparticles was observed by TEM to be, in majority, cubic for the as-received material and after annealing at 1300°C for 1h. At the higher annealing temperature of 1400°C, several precipitates are observed to become spherical.



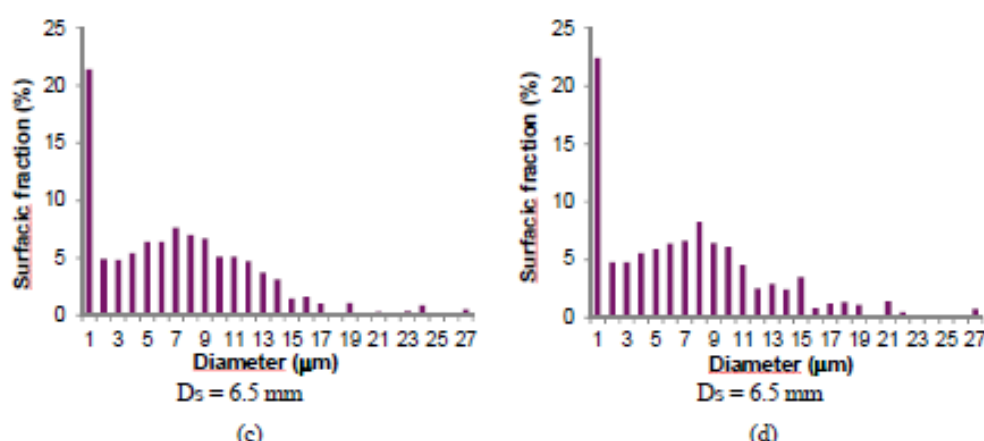


Fig. 3. SEM images of the microstructure of (a) the as-received HIPed material and (b) after 1400°C annealing for 1h. EBSD grain size distribution with mean misorientation larger than 5° of (c) the as-received sample and (d) the annealed sample.

Despite the growth of the oxide nanoparticles during the annealing treatment, the grain microstructure was observed to be remarkably stable (Fig. 3). Even though a small increase of the average grain size can be observed, the bimodal distribution of the grain size is always observed with ultra-fine grains co-existing with coarse grains.

Thus, in the present study, we observed that the grain structure and the grain size of this HIPed ODS ferritic steel is stable up to temperatures as high as 1400°C. The microstructure of the HIPed material seems to be more stable than that of the HE material, which experiences recovery of sub-grain boundaries at 1400°C. However, in both materials, despite significant coarsening of the precipitate microstructure at 1400°C, the Zener pinning appears to be sufficiently strong to impede massive grain boundary motion. Consequently, this evolution of precipitation is the principal reason of the observed hardness decrease of about 70 HV<sub>0.05</sub> for both samples annealed at 1400°C. In the following, the effect of prior cold working will be evaluated.

### 3.2. Microstructure of HE material after cold deformation and annealing

To obtain a homogeneous recrystallized microstructure, a recrystallization study, induced by cold deformation and based on Réglé's results [15], has been made on the HE material. Two samples, taken from the extruded ODS rod, were cold deformed at 40% and 70% by uniaxial compression before annealing at different temperatures.

#### 3.2.1. Hardness evolution

Micro-hardness after deformation followed by annealing is a good indicator of the occurrence of recrystallization, although it can also be affected by other changes of the microstructure (such as coarsening of the oxide particles). Fig. 4 presents the evolution of hardness for each condition of prior deformation and subsequent annealing.

As shown on the as-deformed samples, cold deformation substantially increases the steel hardness, in relation with the increase of the dislocation density. The hardness then decreases during annealing, with a small decrease up to 950°C (about 40 HV<sub>0.05</sub> for both samples), followed by a sharper drop above 950°C. This two-step decrease is probably due to recovery followed by recrystallization. Above 950°C the hardness of the 70% deformed material (which was initially higher) becomes lower than that of the 40% deformed material, which is a sign of the occurrence of recrystallization at this stage, since the activation temperature for recrystallization decreases with increasing stored energy.

At 1450°C, the sample deformed to 40% has a hardness of 247 HV<sub>0.05</sub>, i.e. 48% of the initial hardness. This high difference of hardness could not be due to a simple precipitation coarsening such as observed previously. The low

value suggests that the material is at least partially recrystallized. It is the same at 1150°C for 70% deformed sample.

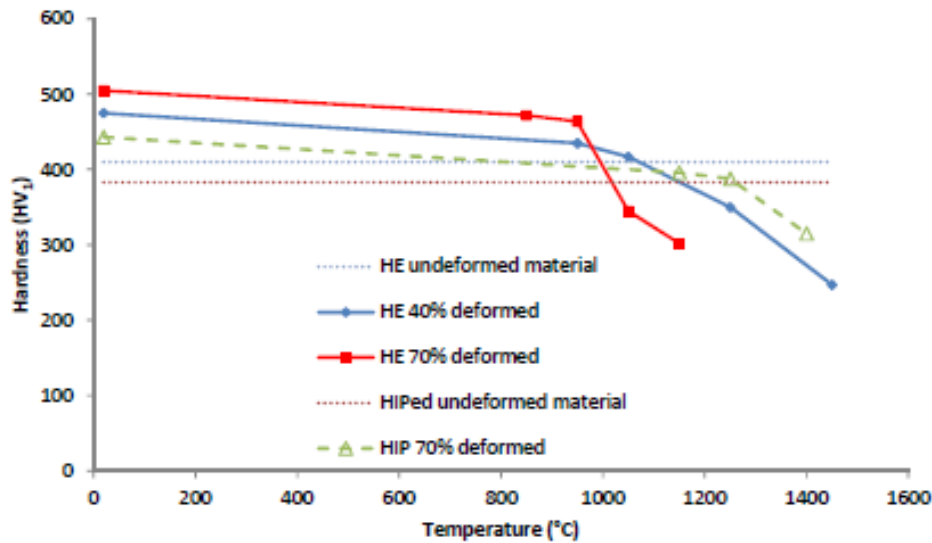


Fig. 4. Evolution of micro-hardness with annealing temperature (30 min heat treatments) for the HE material undeformed, deformed 40 and 70% and for the HIPed material undeformed and deformed 70%.

### 3.2.2. Evolution of the microstructure

#### a) Grain structure

Microscopic observations were carried out by SEM in order to follow the evolution of microstructure. Different micrographs, presented in Fig. 5, were acquired in backscattered electron mode with a voltage of 15 kV.

The as-received microstructure is composed of grains elongated in the extrusion direction (Fig. 2a). Fig. 5 shows that the various thermo-mechanical processing conditions induce drastic changes in this grain structure. For the sample 40% -1050°C (Fig. 5a), one can still observe a large fraction of small non-recrystallized grains. In contrast, after 30 min at 1250°C on a 40% deformed sample (Fig. 5b), the microstructure shows significant changes with the presence of recrystallized grains (recrystallized grain size between 3 and 10  $\mu\text{m}$ ). However, the recrystallization is incomplete as suggested by the large fraction of areas composed of very small grains. In these two thermomechanical conditions, the morphological texture is still visible.

On the contrary, it is possible to consider that samples 70%-1150°C and 40%-1450°C are almost fully recrystallized, with the presence of only small areas of unrecrystallized grains (Fig. 5 c and Fig. 5d).



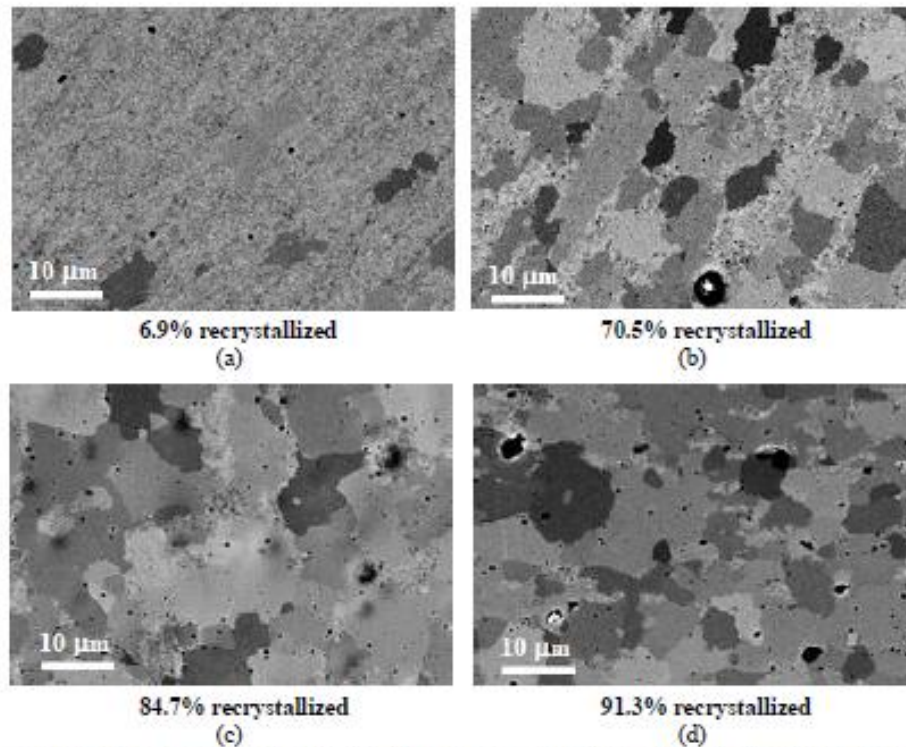


Fig. 5. Evolution of the microstructure with the temperature of annealing and the deformation rate. (a) 40% - 1050°C; (b) 40% - 1250°C; (c) 40% - 1450°C; (d) 70% - 1150°C.

#### b) Evolution of precipitation

The state of precipitation after these different thermo-mechanical treatments has been investigated by Small Angle X-ray Scattering (SAXS). The data can be visualized in Kratky's representations ( $Iq^2$  vs.  $q$  where  $I$  is the scattered intensity and  $q$  is the scattering vector). In this representation the average radius of the precipitate size distribution is inversely proportional to the scattering vector at the maximum, provided that some conditions on the width of the precipitate size distribution are fulfilled [24]. The volume fraction is proportional to the integral below this Kratky curve and can be calculated when the chemical composition of the precipitates is known [23]. A quantification of the precipitate characteristics can be obtained by measuring this maximum scattering vector and converting it to a so-called pseudo-Guinier radius  $R_{max}$  [24]. Alternatively, the Guinier radius  $R_g$  can be measured in a self-consistent manner, or the SAXS signal can be fitted with that originating from a log-normal distribution whose average radius  $R_v$  can therefore be determined [24]. Finding close values for the  $R_g$ ,  $R_{max}$  and  $R_v$  is a good indication of a stable width of the precipitate size distribution [24].

Fig. 6 shows the Kratky plots for the initial HE material and after 40% or 70% deformation followed by heat treatment. For each metallurgical state, quantitative values obtained from the SAXS measurements are listed in Table 2. The volume fractions are calculated with hypothesis that the nanoparticles composition is  $Y_2Ti_2O_7$ .

The precipitation is stable from room temperature to 1050°C for a cold deformation of 40%. The beginning of coarsening is observed at 1250°C and becomes more pronounced at 1450°C. In parallel, the precipitation does not change for the 70% cold deformed samples up to 1150°C where the sample was observed to be recrystallized. This shows that increasing the precipitate size by coarsening (thereby reducing the Zener pinning pressure on the grain boundaries) is not a necessary condition for triggering recrystallization in ODS steels, provided that the stored energy induced by cold deformation is sufficient. This result opens the way for modifying the grain structure without modifying the distribution of the oxide particles.

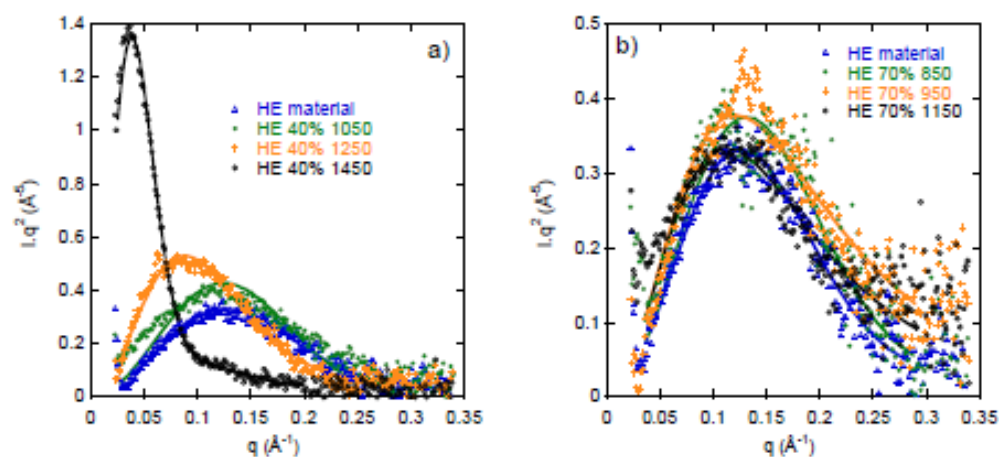


Fig. 6. Kratky plots from the SAXS data on the HE material in the initial state compared to the material deformed (a) 40% and (b) 70% and subsequently annealed at different temperatures.

	As Received	40% 1050°C	40% 1250°C	40% 1450°C	70% 850°C	70% 950°C	70% 1150°C
Average Radius (nm)	1.31	1.36	1.53	4.1	1.31	1.33	1.36
Guinier Radius (nm)	1.37	1.42	1.97	5.13	1.65	1.34	1.41
Maximum Radius (nm)	1.42	1.47	2.05	5.30	1.66	1.33	1.36
Volume fraction (%)	0.8	0.8	0.8	0.7	0.8	0.8	0.8

Table 2. Values of the parameters of the precipitate size distribution (sizes and volume fraction, see text for details) determined from the SAXS measurements.

Finally, Fig. 7 shows the texture measured by X-ray diffraction of the HE material and of the HE material deformed 40% and annealed at 1450°C. The texture has clearly changed after annealing, confirming the occurrence of recrystallization and the renewal of the grain microstructure.

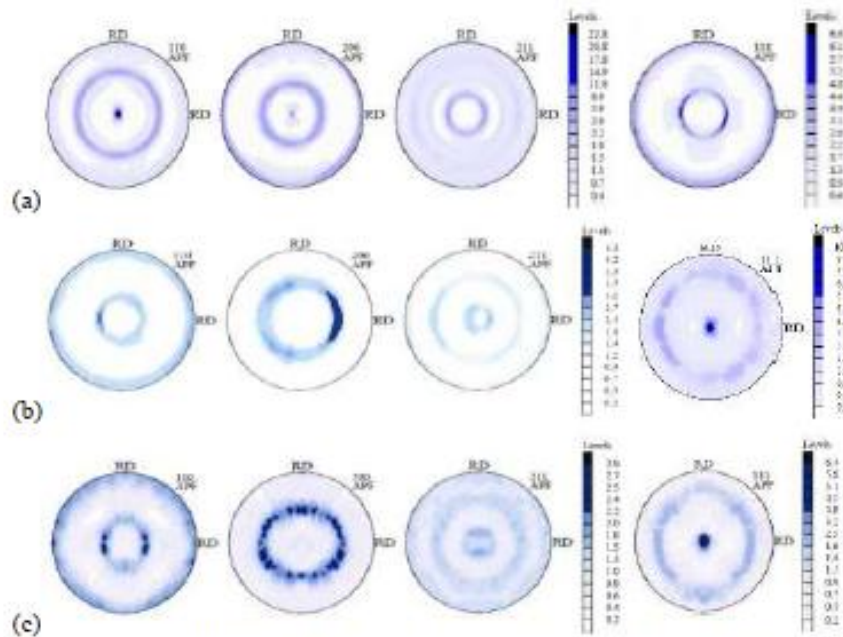


Fig. 7. Pole figures of the as received HE material (a), 40% cold deformed (b) and after recrystallization after deformation of 40% and annealing at 1450°C (c).

### 3.3. Microstructure of the HIPed material after cold deformation and annealing

The HIPed material, of same composition as that of the HE material, has been subjected to the same sequence of cold deformation by uniaxial compression (40% and 70%) followed by high temperature annealing. As shown in Fig. 4, the initial hardness of the HIP is lower than that of the HE material (383 HV<sub>0.05</sub> vs. 410 HV<sub>0.05</sub>). After cold deformation, this difference of hardness is further enhanced to reach about 60 HV<sub>0.05</sub> after 70% cold deformation. The conditions for which recrystallization was observed in the hot extruded material have been used on the HIPed material, namely 40% deformation + 1450°C annealing and 70% deformation + 1150°C annealing.

#### 3.3.1. 70% deformation rate

Fig. 8 shows the microstructure of the 70% deformed sample annealed for 30 min at 1150°C. It consists of some large grains (size >10 μm), together with a high fraction of unrecrystallized areas still composed of extremely small grains. Due to this higher resistance to recrystallization, higher temperatures have been tested. As illustrated in Fig. 9a, after annealing at 1250°C the microstructure is still comparable to that obtained after annealing at 1150°C. At 1400°C, an evolution of the microstructure can be noticed, illustrated by a greater presence of large grains (Fig. 9b). However, at least 50% of the material remains unrecrystallized in this condition.

Hardness measurements also reflect the slower recrystallization kinetics for the HIPed material as compared to the HE material. Indeed, the hardness curve of the 70% deformed HIPed material is different to the curve obtained for the 70% deformed HE sample (Fig. 4). This comparison suggests that the two materials (HE and HIPed) experience a shift above 250°C in recrystallization temperature.



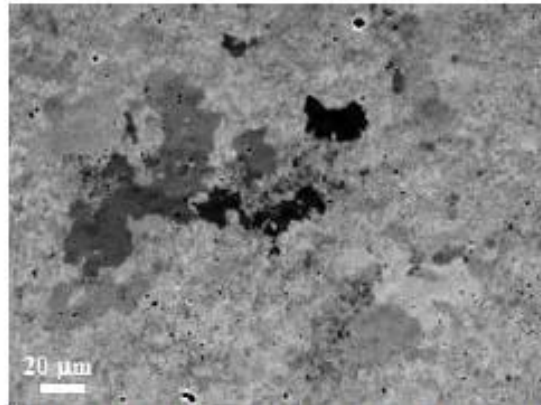


Fig. 8. Representation of the microstructure of the sample deformed to 70% and annealed at 1150°C during 30 min.

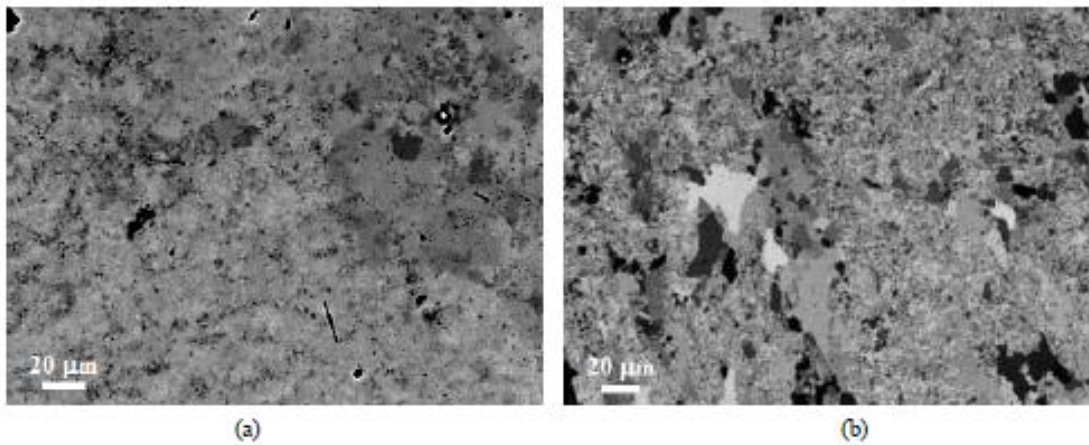


Fig. 9. SEM pictures of the microstructure of the sample deformed to 70% after heat treatment at 1250°C during 30 min (a) and 1400°C during 30 min (b).

### 3.3.2. 40% Deformation rate

The 40% deformed sample was annealed for 30 min at 1450°C. It presents a microstructure composed of roughly 50% of large recrystallized grains and 50% unrecrystallized areas with extremely small grains (Fig. 10). Again, it is very different from that observed in the same conditions on the hot extruded material, for which the recrystallized fraction has been estimated on the SEM micrographs to be 85%. As for the 70% deformed HIP sample, a difference of more than 250°C on the recrystallization temperature is observed.

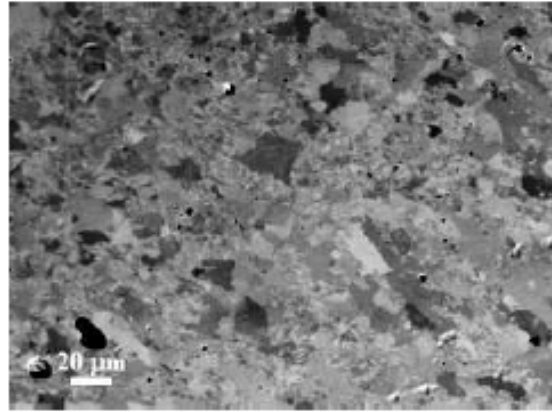


Fig. 10. SEM micrograph of the HIP material deformed 40% and annealed for 30 min at 1450°C.

#### 4. Discussion

##### *a) Evolution of precipitation with heat treatment*

The first result that needs to be discussed is the evolution of the size of nanoparticles with temperature. Many papers show that the precipitation is very stable at high temperature [8, 18, and 25]. In this study, sin the context of the relatively short times of annealing investigated, the very good stability of nanoparticles at high temperature is confirmed. Fig. 11 summarizes the different average radii obtained for the as-received material, the 40 and 70% cold deformed samples for different temperatures of annealing. It can be noted that nano-particles begin to coarsen at about 1250°C. Cunningham et al. observed an evolution of the precipitation size at a much lower temperature of 1000°C, however for much longer times up to 19500 h [26]. The dependence of particle size with ageing time has been reported in several studies [8, 27, and 28]. Besides, it is quite remarkable that the evolution of precipitate size follows a single master curve regardless of the level of prior deformation, although one must remain careful about this interpretation since the ageing times differ slightly in between samples. This is a good indication that there is no significant interaction between precipitate coarsening and deformation or recrystallization.

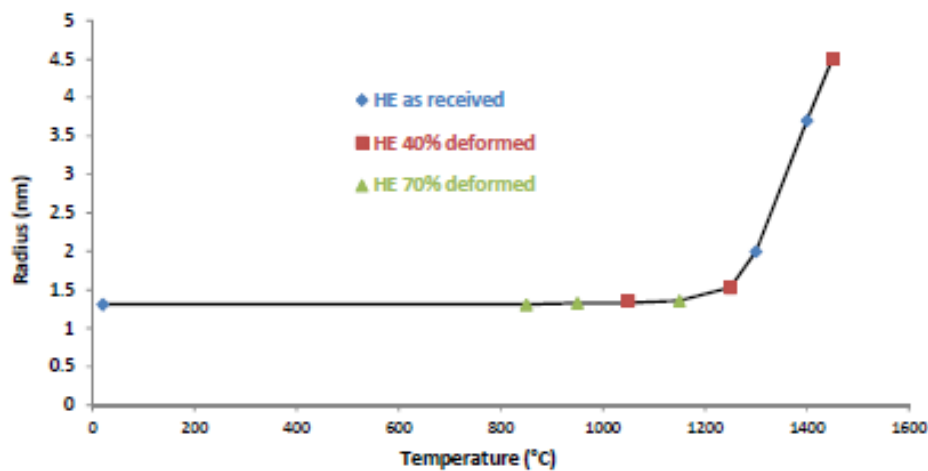


Fig. 11. Evolution of average particle size with the temperature for different cold deformation levels applied on the HE material.

Generally, precipitates grow by Ostwald ripening in a dilute binary alloy, which is described by the classical Lifshitz, Slyozov and Wagner equation (LSW) [29-31]:

$$R(t)^3 - R_0^3 = \frac{8\gamma D c_\alpha^{eq} \Omega^2}{9RT} t$$

where  $c_\alpha^{eq}$  is the solute concentration in equilibrium with the matrix,  $D$  is the solute diffusivity in the matrix,  $\gamma$  is the particle/matrix interfacial energy,  $\Omega$  is the molar volume of the precipitate,  $R$  is the gas constant and  $T$  is the absolute temperature.

The evolution of the average radius with annealing time at 1400°C was observed to be actually in agreement with a 1/3 power law in the time range investigated, in agreement with the LSW prediction, and consistently with the constant volume fraction measured. The slope of the revolution of  $r^3$  with annealing time was measured to be 0.0078 nm<sup>3</sup>.s<sup>-1</sup>.

At 1400°C, some of the particles are observed to become spherical. It is possible that these particles become incoherent with the matrix after recrystallization [32].

#### *b) Recrystallization without deformation*

Similarly to what was observed on the MA956 material [15], the average precipitate size of HE and HIPed materials increases by a factor of about 2.7 after a heat treatment of 1 hour at 1400°C. However, the microstructure of HIPed steel shows a very good stability. Despite a sub-grain boundaries recovery, the HE material can also be considered as thermally stable. This is very different from the industrial material MA956 that recrystallized at 1400°C [19]. This difference of recrystallization kinetics is probably due to the precipitation state of the MA956 steel. Indeed, after heat treatment, the mean radius is equal to 17 nm. For our HE and HIPed ODS steels, the mean radius of nanoparticles is not more than 4 nm. Furthermore, the volume fraction of nanoparticles is lower for the MA956 material [15]. One can consider that the Zener drag, which depend on the volume fraction and the mean radius of the precipitates, is much more important for the HE and HIPed material than for the MA956 steel and thus help stabilize the grain microstructure [33].

#### *c) Evolution of recrystallization temperature with the strain level*

An evolution of recrystallization temperature with cold deformation rate has been observed. When the level of strain is increased, the recrystallization temperature decreases. Consequently, the recrystallization phenomenon is not entirely governed by the precipitation state, but also by the level of stored energy, which increases with cold deformation rate.

According to Chou and Bhadeshia [34], the evolution of recrystallization temperature could also be due to the crystallographic texture obtained after cold compression. Indeed, at a given value of stored energy, material with a strong <111> texture should recrystallize faster, due to a higher grain boundary mobility [34]. After cold compression, a crystallographic texture with a <111> direction ( $\gamma$  fiber), is classically observed on a steel with a bcc structure [35], like for the HE ODS steels of this study (Fig. 7 (b)). Since the intensity of this  $\gamma$  fiber should increase with increasing strain level, this phenomenon can also play a role in the influence of strain on recrystallization temperature.

#### *d) Differences of behavior between the HE and the HIPed materials*

After thermo-mechanical treatment, differences of recrystallization kinetics have been observed between the HE and the HIPed materials. Namely, the HIPed material shows a strongly delayed recrystallization kinetics. The origin of this variation could be explained by the difference of stored energy depending on the elaboration routes. The estimated initial dislocation density (from TEM observations) is lower for the HIPed material ( $1.10^{14} \text{ m}^{-2}$ ) than the HE material ( $5.10^{14} \text{ m}^{-2}$ ), which is consistent with their difference in hardness. The principal reason is because, during hot extrusion, a very high force is applied on the ingot to pass throughout the die, thereby generating a very high work hardening and thus a higher dislocation density than the HIPed material [36]. On the



contrary, for a hot isostatic pressed material, the plastic deformation rate induced by the process is lower. Since this hardness difference further increases during cold work (see Fig. 4), the HE material work hardens more than the HIPed material, resulting in a higher level of stored energy before the annealing treatment. This difference in work hardening may be due to the strong difference in texture between the two materials. As a result, the hardness of the HIPed material deformed 70% is lower than that of the HE material deformed 40% (see Fig. 4). Actually, Fig. 4 shows that the recrystallization behaviour seen through hardness of the three materials (HE-70%, HE-40% and HIP-70%) is very consistent with the initial hardness (and therefore with the initial level of stored energy), namely the harder the initial hardness, the lower the recrystallization temperature.

Furthermore, the HE material microstructure is composed of many sub-grain boundaries. This delay could also be due to the initial grain size because when the initial grain size is larger, a delay of recrystallization is observed [37], due to a lower fraction of grain boundaries acting as nucleation sites.

### Conclusions

We have shown that the two materials studied here, namely processed by Hot Extrusion (HE) or Hot Isostatic Pressing (HIP) possess a grain structure that is resistant to recrystallization up to 3h of heat treatment at 1400°C.

When subjected to cold work introduced by uniaxial compression, the material's microstructure is observed to evolve with subsequent annealing in the following ways:

- i) Recovery occurs at 950°C and above as observed by a moderate drop of hardness.
- ii) The HE material has been observed to undergo almost full recrystallization for 40% cold deformation followed by 30 min at 1450°C or 70% cold deformation followed by 30 min at 1150°C. In the latter condition we have shown that the nano-precipitated oxides are unaffected by the combination of deformation and annealing, whereas the heat treatment at 1450°C induces a significant coarsening of these particles.
- iii) The HIP material does not recrystallize in the same conditions as the HE material, most probably because of a lower level of dislocation density. An increase of more than 250°C in recrystallization temperature between the two materials has been estimated from the present results.

The precipitation coarsening begins for temperature of about 1250°C for the relatively short annealing times investigated. The presence of a high dislocation density and the recrystallization phenomenon have no effect on the size of nano-particles, contrarily to temperature and ageing time.

The possibility evidenced in the present study to renew the grain microstructure by recrystallization is clearly interesting for extruded fully ferritic ODS materials in order to avoid the anisotropy detrimental to the mechanical properties. Even though deformation by compression is not practical on the products with high aspect ratio necessary for the application in generation IV nuclear power plants, alternative deformation modes at room temperature can be envisaged, such as cold drawing, as shown by Réglé and Alamo [19].

### Acknowledgements

The authors would like to acknowledge Khadija Jaakou, Louis Ziolek and Jean-Philippe Bonthonneau, from CEA Saclay (FR), for the compression tests, Justine Roubaud from CEA Saclay (FR) for the texture measurements, Dr. Joël Ribis and Dr. Jean Luc Béchade from CEA Saclay (FR) for fruitful discussion.

### References

- [1] P. Yvon, F. Carré: *J. Nucl. Mater.* 385 (2009), pp. 217.
- [2] P. Dubuisson, Y. De Carlan, V. Garat, M. Blat: *J. Nucl. Mater.* 428 (2012), pp. 6.
- [3] J.L. Séran, A. Alamo, A. Maillard, H. Touron, J.C. Brachet, P. Dubuisson, O. Rabouille: *J. Nucl. Mater.* 212-215 (1994), pp. 588.
- [4] P. Dubuisson, D. Gilbon, J.L. Séran: *J. Nucl. Mater.* 205 (1993), pp. 178.
- [5] M. Inoue, T. Kaito, S. Ohtsuka: "Materials for generation IV Nuclear Reactors" (2007).
- [6] S. Ukai, T. Nishida, T. Okuda, T. Yoshitake: *J. Nucl. Sci. Technol.* 35 (1998), pp. 294.
- [7] S.Y. Zhong, PhD Thesis: Université Paris-Sud (2012).

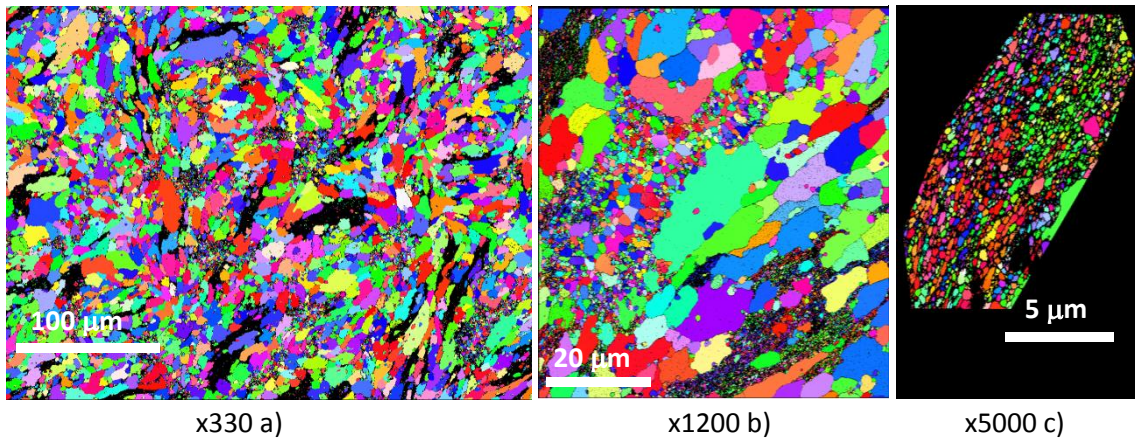


- [8] M.K. Miller, D.T. Hoelzer, E.A. Kenik, K.F. Russell: *Intermetallics* 13 (2007), pp. 387.
- [9] P. Krautwasser, A. Czyrska-Filemonowicz, M. Widera, F. Carsughi: *Mater. Sci. Eng. A* 177 (1994), pp. 199.
- [10] M. Praud, F. Momprou, J. Malaplate, D. Caillard, J. Garnier, A. Steckmeyer, B. Fournier: *J. Nucl. Mater.* 428 (2012), pp. 90.
- [11] A. Steckmeyer, M. Praud, B. Fournier, J. Malaplate, J. Garnier, J.L. Béchade, I. Tourmié, A. Tancray, A. Bougault, P. Bonnaillie: *J. Nucl. Mater.* 405 (2010), pp. 95.
- [12] M. Ratti: PhD Thesis, Institut Polytechnique de Grenoble (2009).
- [13] L. Toualbi, C. Cayron, P. Olier, J. Malaplate, M. Praud, M.H. Mathon, D. Bossu, E. Rouesne, A. Montani, R. Logé, Y. De Carlan: *J. Nucl. Mater.* (2012), pp. 47.
- [14] H.K.D.H. Bhadeshia: *Mater. Sci. Eng. A* 223 (1997), pp. 64.
- [15] H. Réglé: PhD Thesis, Université Paris-Sud (1994).
- [16] S. Ukai, T. Nishida, H. Okada: *J. Nucl. Sci. Technol.* 34 (1997), pp. 256.
- [17] S.Y. Zhong, J. Ribis, T. Baudin, N. Lochet, Y. De Carlan, V. Klosek, M.H. Mathon: *J. Nucl. Mater.* 452 (2014), pp. 359.
- [18] S.Y. Zhong, J. Ribis, V. Klosek, Y. De Carlan, N. Lochet, V. Ji, M.H. Mathon: *J. Nucl. Mater.* 428 (2012), pp. 154.
- [19] H. Réglé, A. Alamo: *Journal de Physique IV* 3 (1993), pp. 727.
- [20] C. Capdevila, Y.L. Chen, N.C.K. Lassen, A.R. Jones, H.K.D.H. Bhadeshia: *Mater. Sci. Technol.* 17 (2001), pp. 693.
- [21] C. Capdevila Montes, H.K.D.H. Bhadeshia: *Advanced engineering Materials* 5 (2003), pp. 232.
- [22] C.L. Chen, G.J. Tatlock, A.R. Jones: *Materials Science Forum* 638-642 (2010), pp. 3833.
- [23] F. De Geuser, A. Deschamps: *C. R. Physique* 13 (2012), pp. 246.
- [24] A. Deschamps, F. De Geuser: *J. Appl. Cryst.* 44 (2011), pp. 343.
- [25] M.K. Miller, K.F. Russell, D.T. Hoelzer: *J. Nucl. Mater.* 351 (2006), pp. 261.
- [26] N. Cunningham, Y. Wu, D. Klingensmith, G.R. Odette: *Mater. Sci. Eng. A* 613 (2014), pp. 296.
- [27] L. Barnard, N. Cunningham, G.R. Odette, I. Szlufarska, D. Morgan: *Acta Mater.* 91 (2015), pp. 340.
- [28] M.J. Alinger: PhD Thesis, University of California Santa Barbara (2004).
- [29] I.M. Lifshitz, V.V. Slyozov: *Phys. Chem. Solids* 19 (1961), pp. 35.
- [30] C. Wagner: *Z. Elektrochem.* (1961), pp. 581.
- [31] M.L. Lescoat, J. Ribis, Y. Chen, E.A. Marquis, E. Bordas, P. Trocellier, Y. Serruys, A. Gentils, O. Kaitasov, Y. De Carlan, A. Legris: *Acta Mater.* 78 (2014), pp. 328.
- [32] J. Ribis, Y. De Carlan: *Acta Mater.* 60 (2012), pp. 238.
- [33] X. Boulnat, N. Sallé, M. Dadé, A. Borbély, J.L. Béchade, Y. De Carlan, J. Malaplate, Y. Bréchet, F. De Geuser, A. Deschamps, P. Donnadiou, D. Fabregue, M. Perez: *Acta Mater.*, to be published.
- [34] T.S. Chou, H.K.D.H. Bhadeshia: *Mater. Sci. Eng. A* 189 (1994), pp. 229.
- [35] U.F. Kocks: *Texture and Anisotropy*, Cambridge University Press, 2000.
- [36] P. Unifantowicz, Z. Oksiuta, P. Olier, Y. De Carlan, N. Balluc: *Fuz. Eng. Des.* (2011), pp. 2413.
- [37] M. El Wahabi, L. Gavard, F. Montheillet, J.M. Cabrera, J.M. Prado: *Acta Mater.* 55 (2005), pp. 4605.

### Annexe 3 : Caractérisation de la microstructure par EBSD

Afin de caractériser la microstructure de grain, des analyses EBSD ont été réalisées. Les premières analyses ont été effectuées à différents grossissements dans le but d'observer tous les grains (Figure 177) et d'en déduire une distribution de taille. Pour chacune des analyses EBSD, l'orientation d'un grain est donnée lorsqu'au moins 7 lignes de Kikuchi sont détectées.

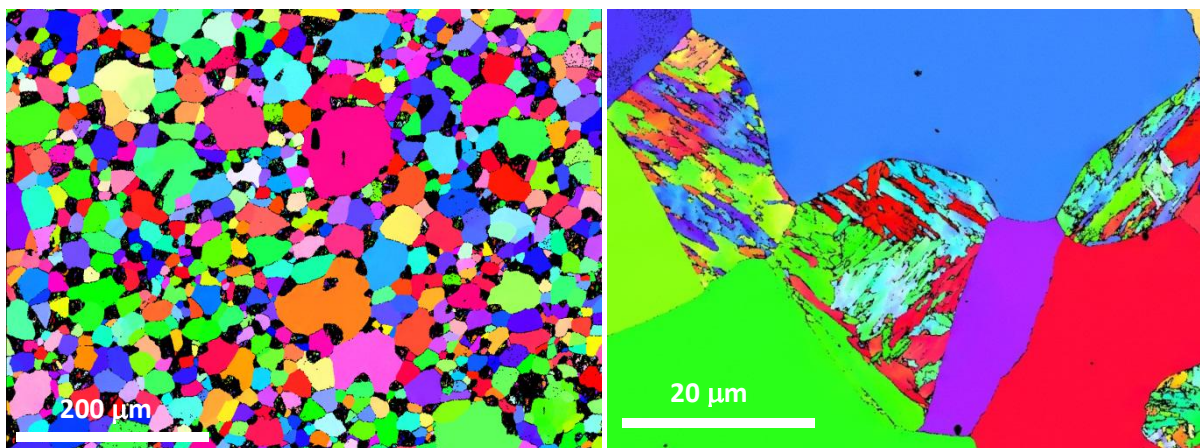
Dans le cas des microstructures bimodales (voire multimodales), les zones non indexées pour des grossissements de 330 et 1200 correspondent à des grains nanométriques. Ces grains ne sont pas indexés à fort grossissement du fait d'un pas de mesure trop important (300 nm à x330 et 84 nm à x1200).



**Figure 177** : Cartographies EBSD de la microstructure de l'acier Std observée à différents grossissements.

Le grossissement x330 est adapté pour la majorité des nuances modèles pour déterminer la taille de grain. Néanmoins, des grossissements différents ont été utilisés pour les nuances NR et Std-F.

Dans le cas de l'acier NR, ces zones non indexées correspondent à des blocs de martensite, comme illustré sur la Figure 178.

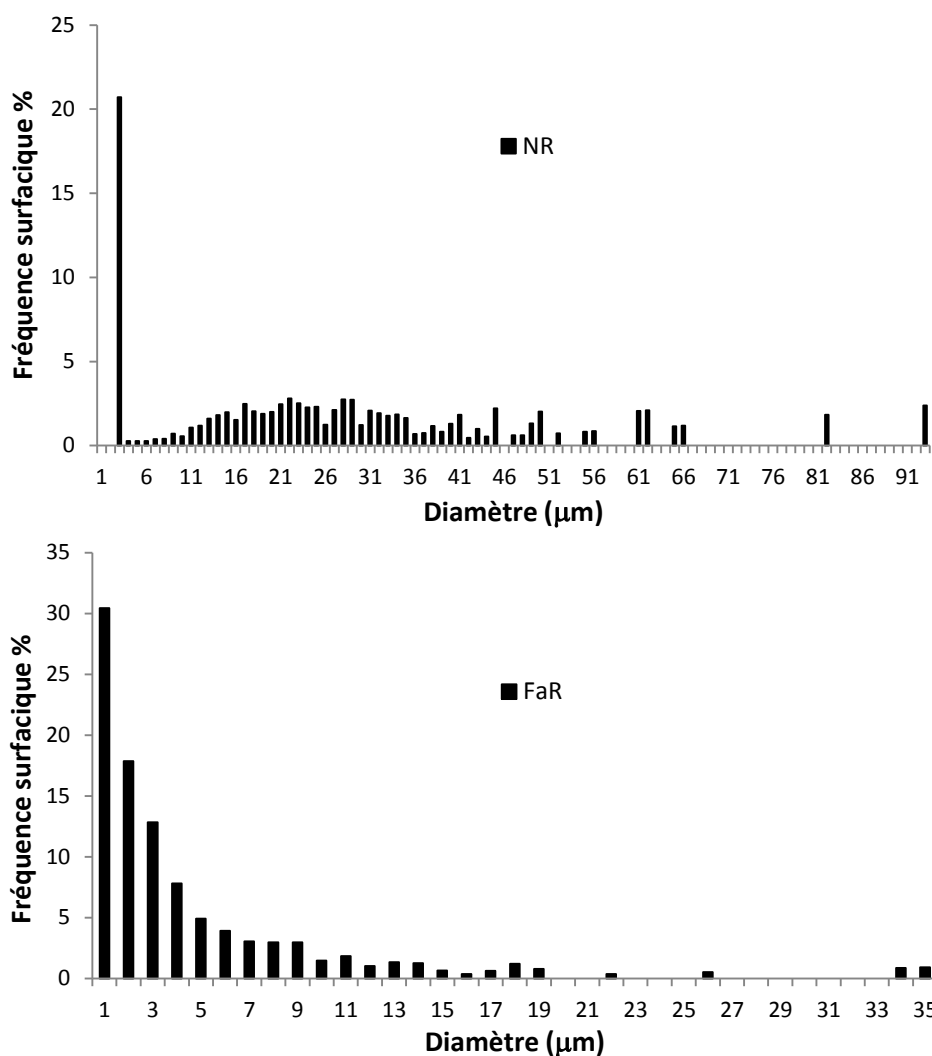


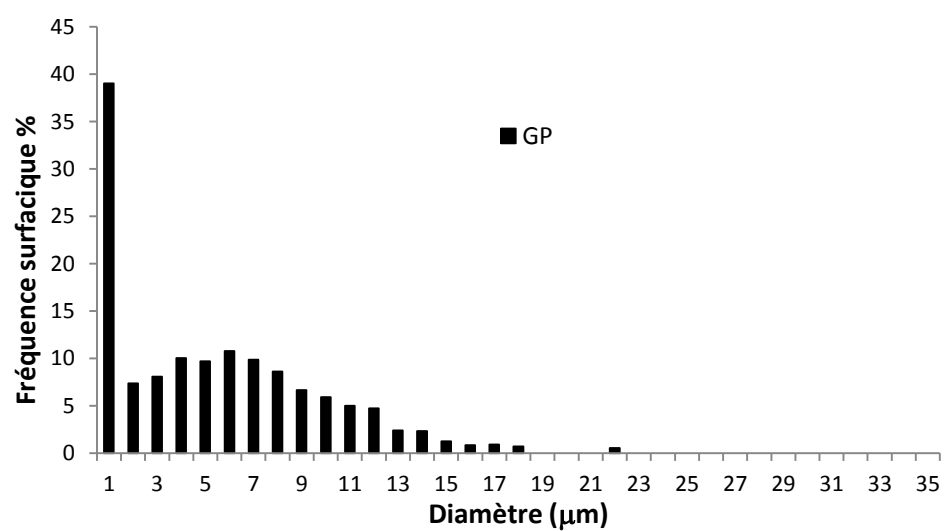
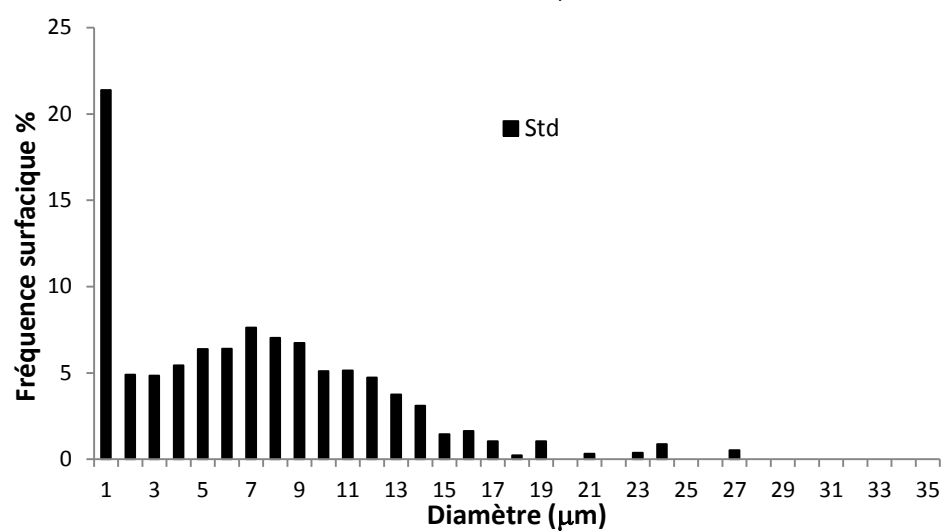
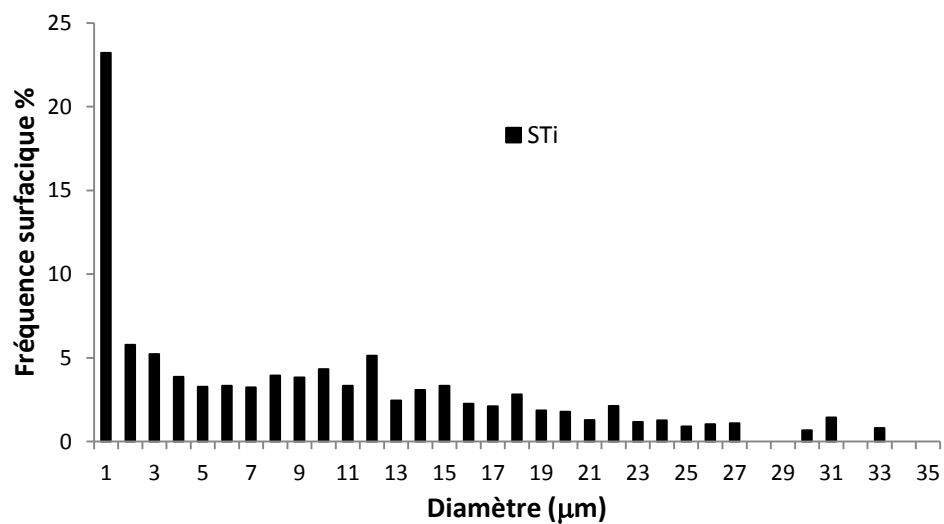
**Figure 178** : Cartographies EBSD de la microstructure de l'acier NR observée à différents grossissements.

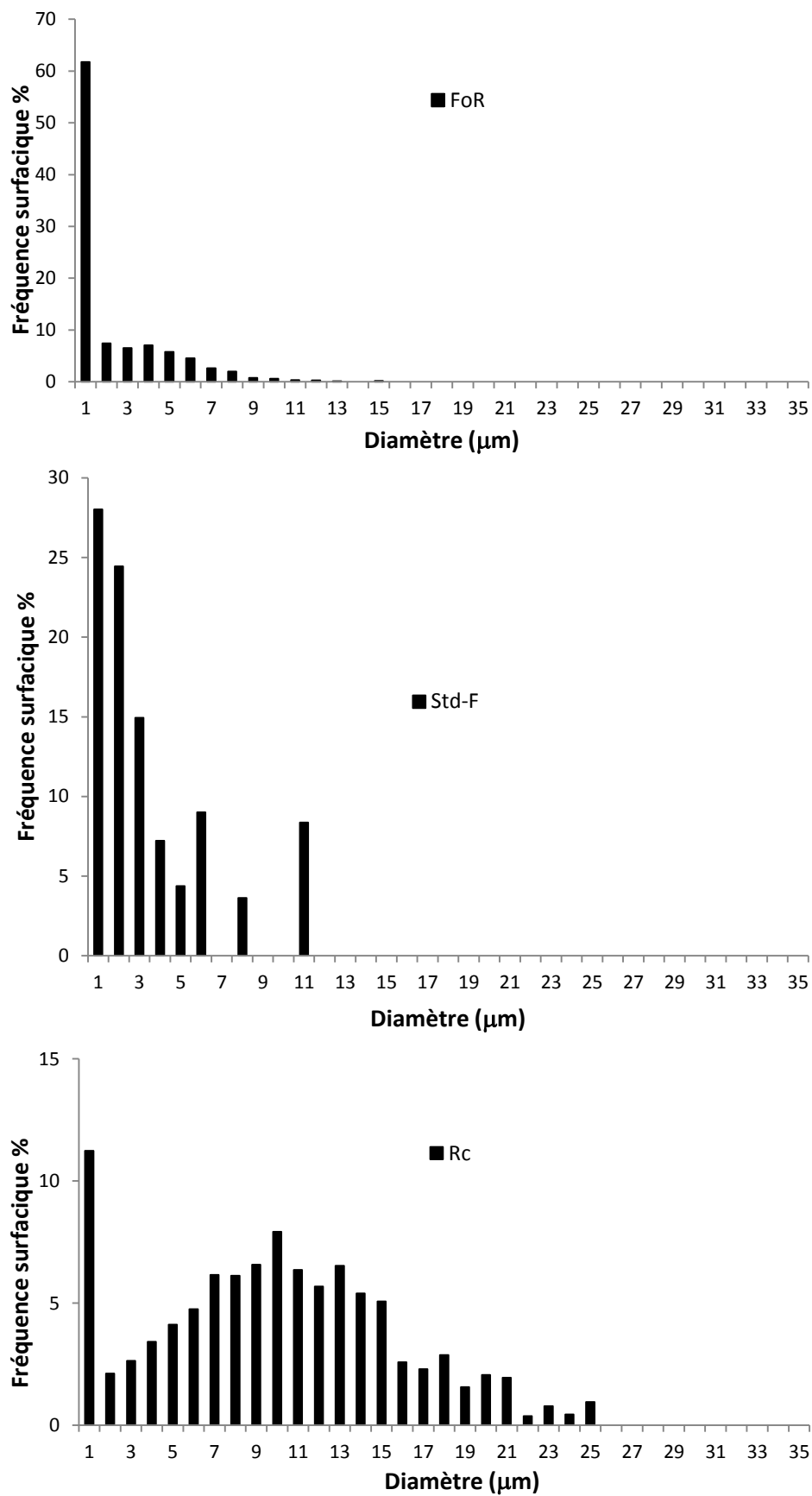


#### Annexe 4 : Distribution de taille de grain

Pour chacune des nuances, la distribution de taille de grain a été obtenue à partir des données d'analyse par EBSD (Figure 179). Pour le dépouillement des données, il a été supposé qu'un joint de grains est présent lorsque l'angle de désorientation entre deux grains voisins est supérieur ou égal à 5°. Le dépouillement des données a aussi été effectué en prenant un angle de désorientation entre deux grains voisins supérieur ou égal à 15°. Il apparaît que cela n'induit qu'une très faible différence de la distribution de taille de grain avec les mesures à 5° de désorientation.







**Figure 179 :** Distribution de la taille de grain des différentes nuances de l'étude.

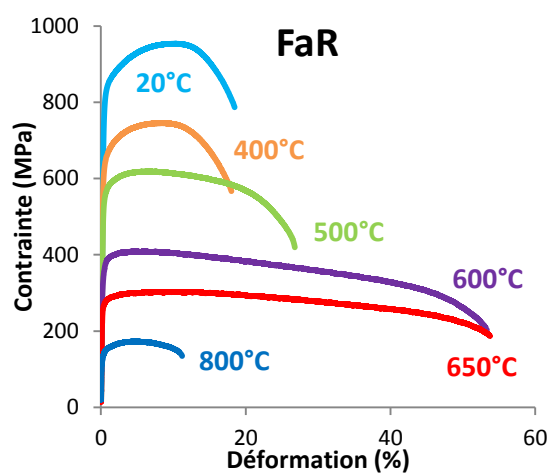
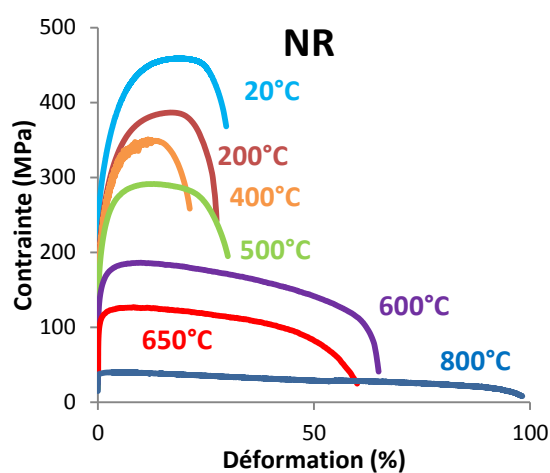




## Annexe 5 : Données des essais de traction à $7.10^{-4} s^{-1}$ et évolution des résistances mécaniques Rm.

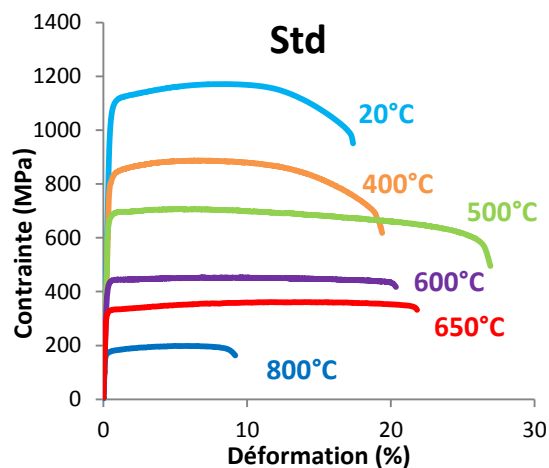
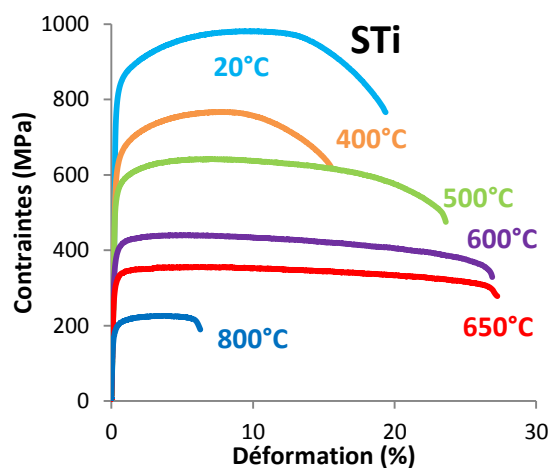
Les courbes et les données des essais de traction réalisés avec une vitesse de sollicitation de  $7.10^{-4} s^{-1}$  sur chacune des nuances de l'étude sont présentées ci-dessous.

NR	$7.10^{-4} s^{-1}$	20°C	200°C	400°C	500°C	600°C	650°C	800°C
	Rp <sub>0,2%</sub> (MPa)	263	199	186	167	129	99	37
	Rm (MPa)	459	387	351	291	186	127	40
	A %	30	27	21	30	65	60	98
	A <sub>g</sub> %	19	17	11	13	10	9	5
	Z	70%	67%	64%	70%	85%	89%	93%



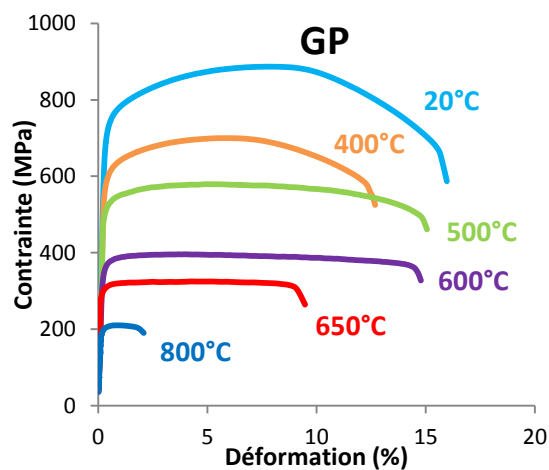
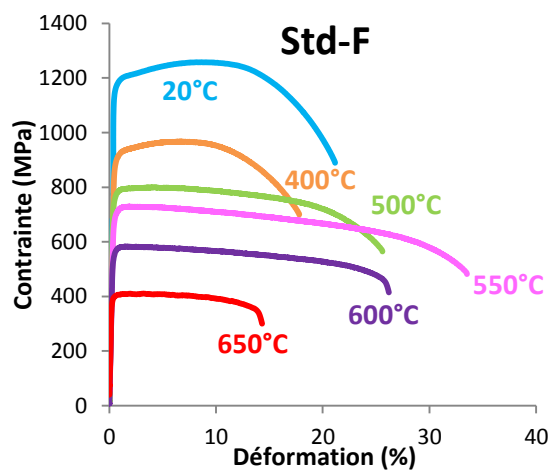
FaR	$7.10^{-4} s^{-1}$	20°C	400°C	500°C	600°C	650°C	800°C
	Rp <sub>0,2%</sub> (MPa)	809	629	546	352	266	136
	Rm (MPa)	1059	745	618	410	303	173
	A %	19	18	27	53	54	11
	A <sub>g</sub> %	10	8	6	6	7	5
	Z	54%	54%	58%	73%	82%	15%

STi	$7.10^{-4} s^{-1}$	20°C	400°C	500°C	600°C	650°C	800°C
	Rp <sub>0,2%</sub> (MPa)	835	633	561	393	321	192
	Rm (MPa)	982	767	642	441	356	226
	A %	19	16	24	27	27	6
	A <sub>g</sub> %	9	7	7	5	6	4
	Z	52%	42%	50%	40%	29%	9%



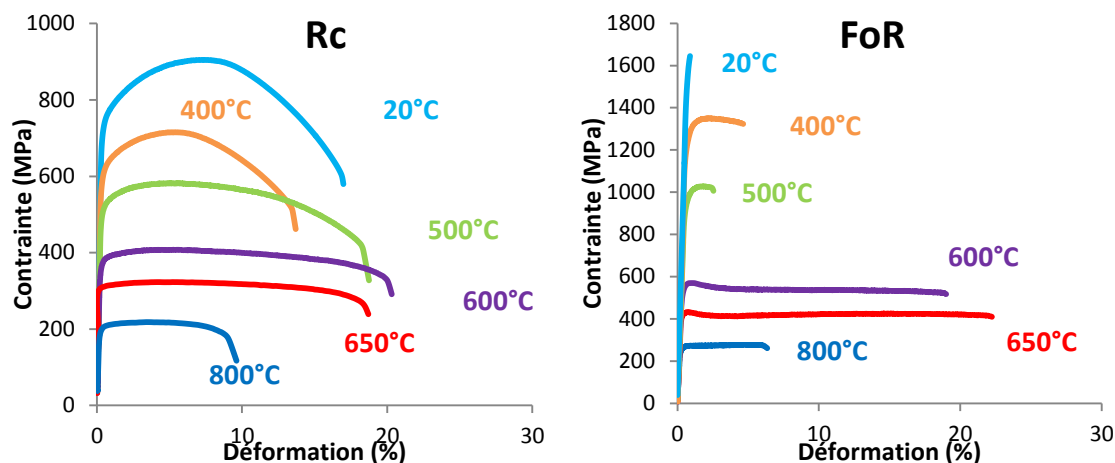
Std	$7.10^{-4} s^{-1}$	20°C	400°C	500°C	600°C	650°C	800°C
	Rp <sub>0,2%</sub> (MPa)	1085	821	680	435	318	173
	Rm (MPa)	1171	887	707	452	356	198
	A %	17	19	27	20	19	9
	A <sub>g</sub> %	8	6	5	8	13	5
	Z	43%	50%	44%	23%	19%	6%

Std-F [37]	$7.10^{-4} s^{-1}$	20°C	400°C	500°C	550°C	600°C	650°C
	Rp <sub>0,2%</sub> (MPa)	1175	888	772	678	560	399
	Rm (MPa)	1257	967	800	728	583	410
	A %	21	18	25	33	26	14
	A <sub>g</sub> %	8	6	4	2	1	2
	Z	57%	52%	38%	35%	22%	7%



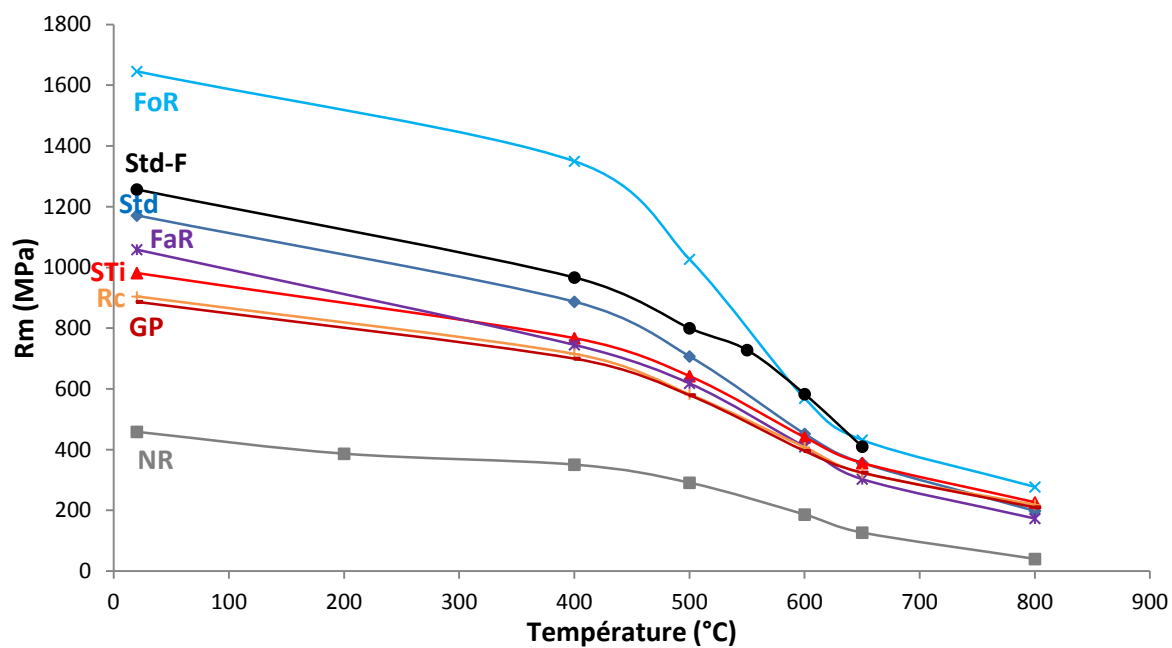
GP	$7.10^{-4} s^{-1}$	20°C	400°C	500°C	600°C	650°C	800°C
	Rp <sub>0,2%</sub> (MPa)	736	605	526	369	310	204
	Rm (MPa)	887	700	580	396	325	210
	A %	16	13	15	15	9	3
	A <sub>g</sub> %	8	6	5	4	5	1
	Z	56%	39%	34%	24%	16%	8%

Rc	$7.10^{-4} s^{-1}$	20°C	400°C	500°C	600°C	650°C	800°C
	Rp <sub>0,2%</sub> (MPa)	739	613	516	375	310	202
	Rm (MPa)	904	715	582	408	323	219
	A %	17	19	27	20	19	9
	A <sub>g</sub> %	7	5	5	5	5	4
	Z	62%	58%	50%	37%	32%	22%



FoR	$7.10^{-4} s^{-1}$	20°C	400°C	500°C	600°C	650°C	800°C
	Rp <sub>0,2%</sub> (MPa)	1646	1236	962	551	426	264
	Rm (MPa)	1646	1350	1027	569	432	277
	A %	1	5	3	19	22	6
	A <sub>g</sub> %	0,2	2	1	1	0,5	5
	Z	0%	12%	9%	19%	21%	15%

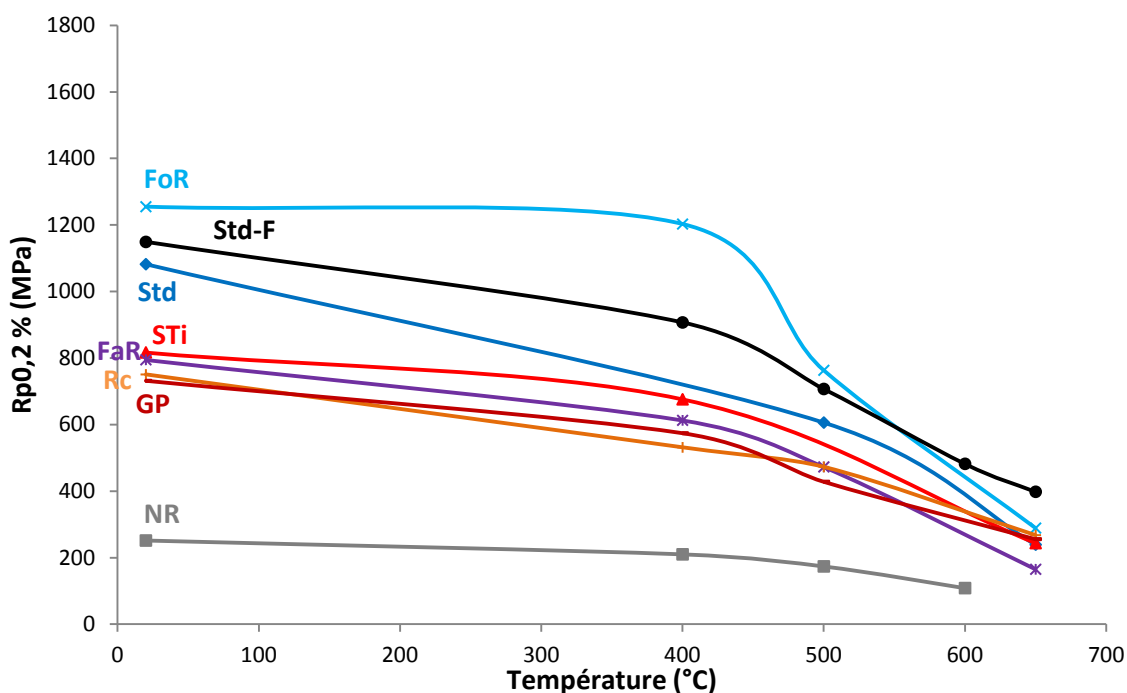
A partir de ces données, l'évolution de la valeur de la résistance maximale (Rm) et de l'allongement uniforme (Ag) a été tracée en fonction de la température (Figure 180 et Figure 86). La courbe de Rm des différentes nuances se caractérise par un plateau athermique (faible décroissance de la valeur) suivi d'une chute des propriétés plus ou moins marquée selon la nuance jusqu'à environ 650°C avant de repartir dans une décroissance plus modérée.



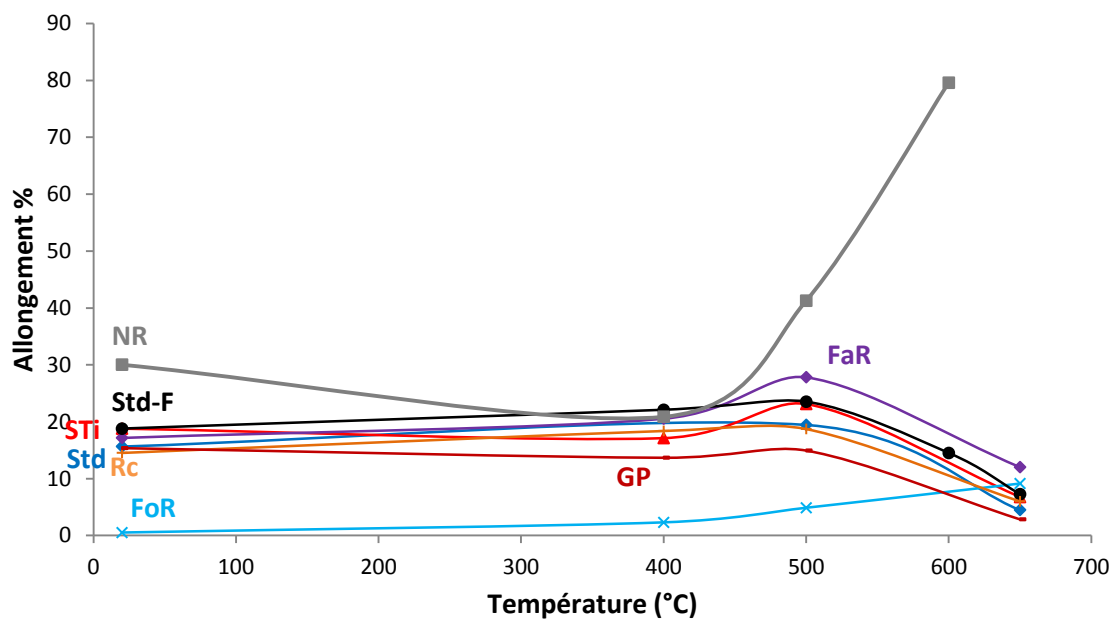
**Figure 180 :** Evolution de la valeur de la résistance maximale en fonction de la température pour une vitesse de sollicitation de  $7.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

## Annexe 6 : Bilan des essais de traction à $1.10^{-5} \text{ s}^{-1}$

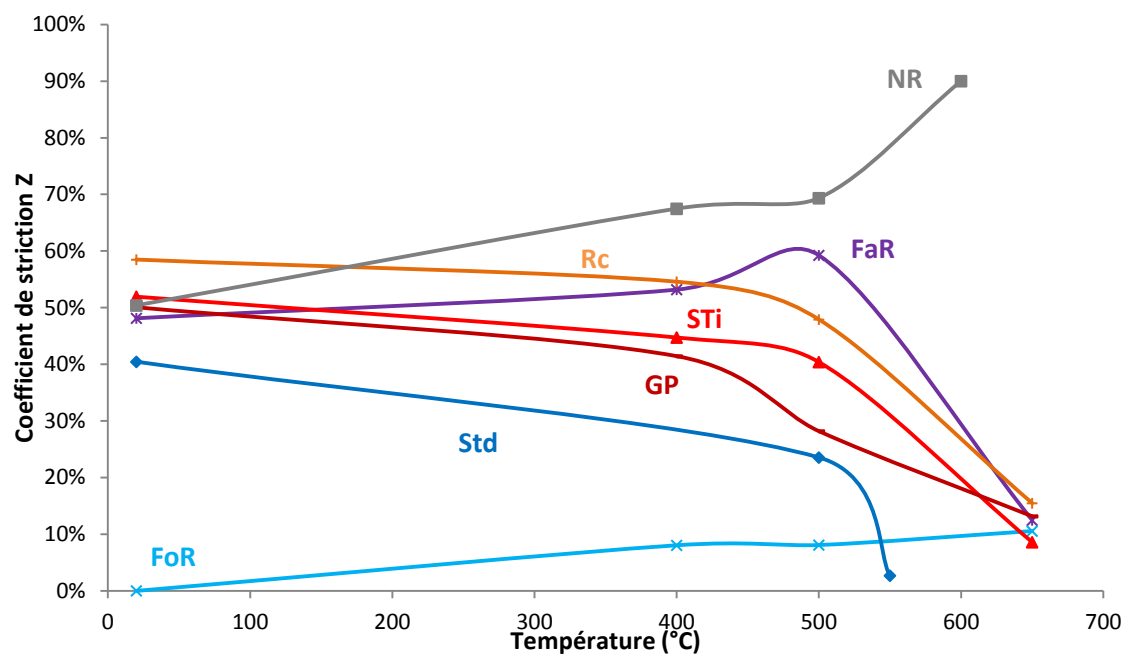
Les résultats des essais de traction, réalisés sur une large plage de température avec une vitesse de sollicitation de  $1.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , sont présentés ci-dessous. On retrouve un plateau athermique jusqu'à  $400^\circ\text{C}$  suivi d'une chute des propriétés mécaniques. Contrairement aux essais à  $7.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , le pic d'allongement de toutes les nuances ODS (excepté FoR) est situé à  $500^\circ\text{C}$ . Les mécanismes d'endommagement semblent plus sévères pour des vitesses de déformation plus faibles.



**Figure 181 :** Evolution de la valeur de la limite d'élasticité en fonction de la température pour une vitesse de sollicitation de  $1.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

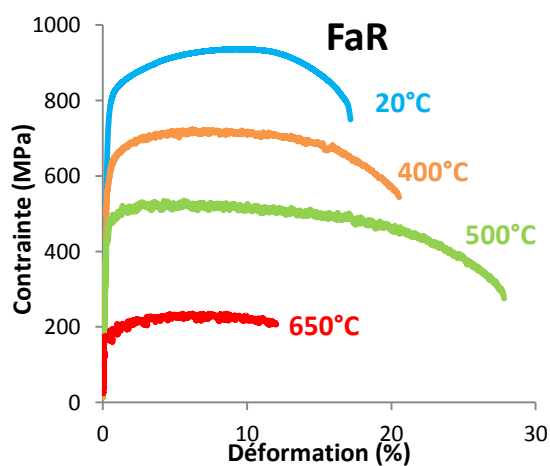
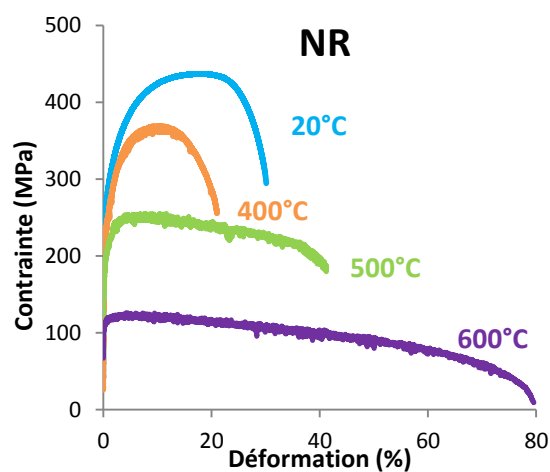


**Figure 182 :** Evolution de la ductilité en fonction de la température pour une vitesse de sollicitation de  $1.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .



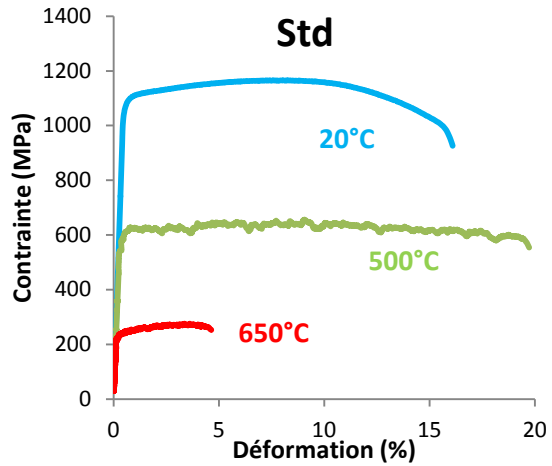
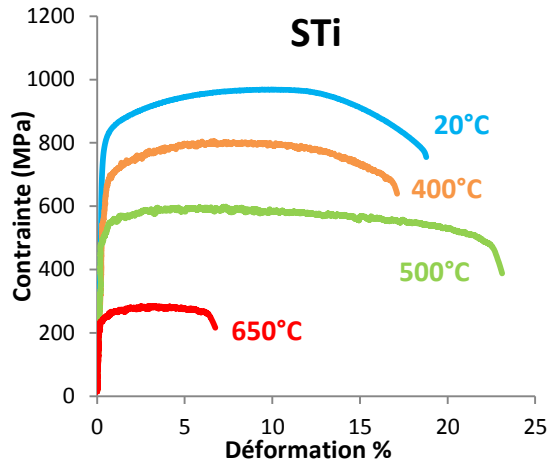
**Figure 183 :** Evolution du coefficient de striction avec la température pour les différentes nuances modèles testées en traction à  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

NR	$1.10^{-5} \text{ s}^{-1}$	20°C	400°C	500°C	600°C
	Rp <sub>0,2%</sub> (MPa)	229	210	174	109
	Rm (MPa)	437	369	255	126
	A %	30	21	41	80
	A <sub>g</sub> %	17	10	12	5
	Z	50%	68%	69%	90%



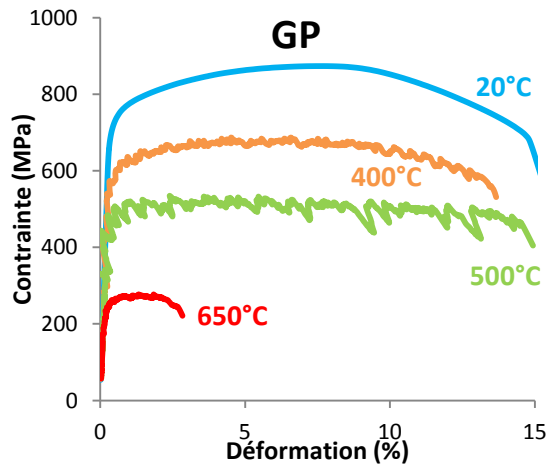
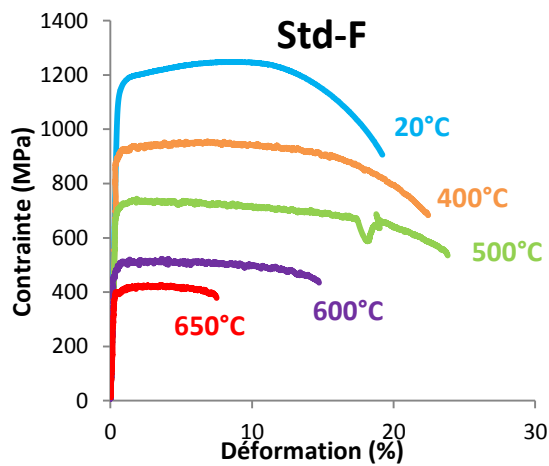
FaR	$1.10^{-5} \text{ s}^{-1}$	20°C	400°C	500°C	650°C
	Rp <sub>0,2%</sub> (MPa)	795	613	473	165
	Rm (MPa)	936	724	535	236
	A %	17	20	28	12
	A <sub>g</sub> %	9	6	5	6
	Z	48%	55%	59%	13%

STi	<b><math>1.10^{-5} s^{-1}</math></b>	<b>20°C</b>	<b>400°C</b>	<b>500°C</b>	<b>650°C</b>
	<b>Rp<sub>0,2%</sub> (MPa)</b>	817	676	511	285
	<b>Rm (MPa)</b>	968	807	599	285
	<b>A %</b>	19	17	23	7
	<b>A<sub>g</sub> %</b>	9	6	7	3
	<b>Z</b>	52%	45%	40%	9%



Std	<b><math>1.10^{-5} s^{-1}</math></b>	<b>20°C</b>	<b>500°C</b>	<b>650°C</b>
	<b>Rp<sub>0,2%</sub> (MPa)</b>	1082	606	239
	<b>Rm (MPa)</b>	1165	652	275
	<b>A %</b>	16	19	4
	<b>A<sub>g</sub> %</b>	8	9	3
	<b>Z</b>	40%	24%	3%

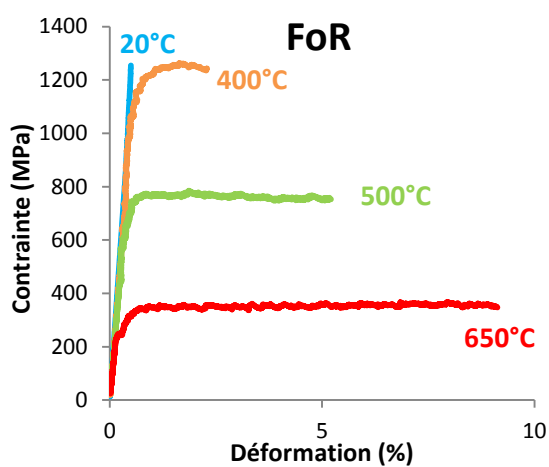
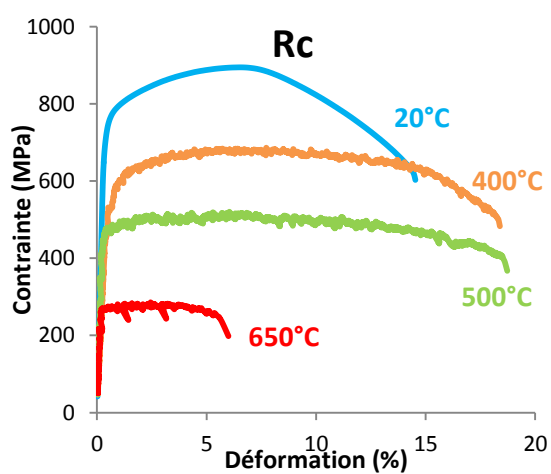
Std-F	<b><math>1.10^{-5} s^{-1}</math></b>	<b>20°C</b>	<b>400°C</b>	<b>500°C</b>	<b>600°C</b>	<b>650°C</b>
	<b>Rp<sub>0,2%</sub> (MPa)</b>	1149	907	707	482	398
	<b>Rm (MPa)</b>	1248	953	742	520	425
	<b>A %</b>	19	22	23	15	7
	<b>A<sub>g</sub> %</b>	8	7	1	4	3





GP	$1.10^{-5} s^{-1}$	20°C	400°C	500°C	650°C
	Rp <sub>0,2%</sub> (MPa)	731	574	428	256
	Rm (MPa)	874	687	535	277
	A %	15	13	15	3
	A <sub>g</sub> %	7	4	2	1
	Z	50%	41%	28%	13%

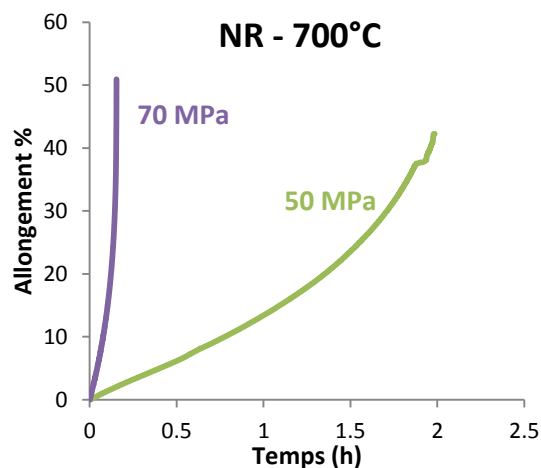
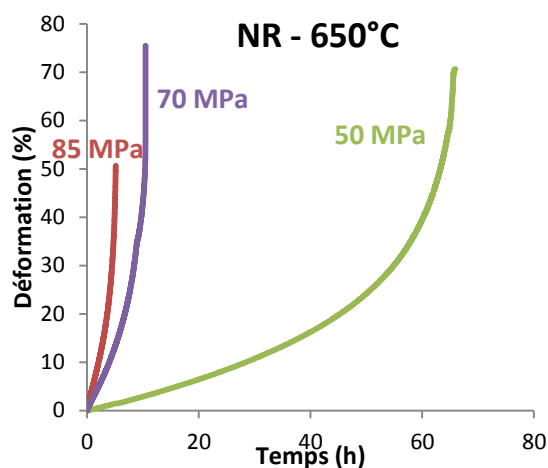
Rc	$1.10^{-5} s^{-1}$	20°C	400°C	500°C	650°C
	Rp <sub>0,2%</sub> (MPa)	751	531	473	268
	Rm (MPa)	894	686	520	286
	A %	14	18	19	6
	A <sub>g</sub> %	6	7	6	2
	Z	59%	55%	48%	16%



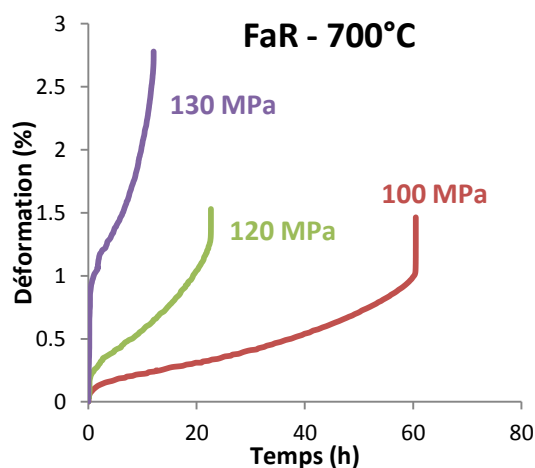
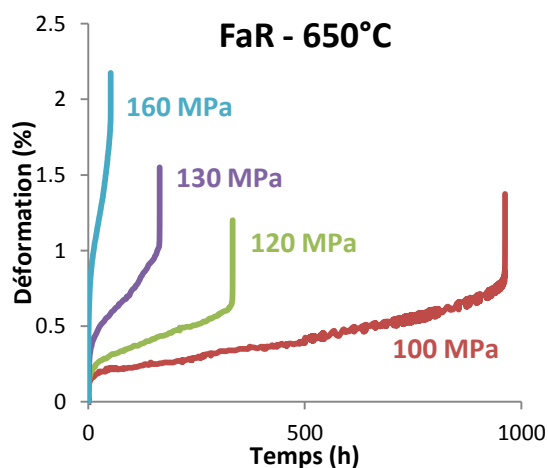
FoR	$1.10^{-5} s^{-1}$	20°C	400°C	500°C	650°C
	Rp <sub>0,2%</sub> (MPa)	1255	1203	763	289
	Rm (MPa)	1255	1263	786	368
	A %	0	2	4	9
	A <sub>g</sub> %	0	1	1	8
	Z	0%	8%	8%	11%

## Annexe 7 : Courbes et données de fluage des différents matériaux modèles

Les courbes de fluage des différentes nuances sont représentées ci-dessous. De manière générale, une diminution de la vitesse de fluage secondaire et de la ductilité est observée lorsque la contrainte appliquée diminue. A l'inverse, le temps à rupture augmente lorsque la contrainte diminue. Les propriétés en fluage se dégradent également lorsque la température d'essai augmente. En effet lorsque l'on compare les données d'essais de fluage à contrainte constante réalisés à 650°C et 700°C, une diminution du temps à rupture et une augmentation de la vitesse de secondaire sont observées.

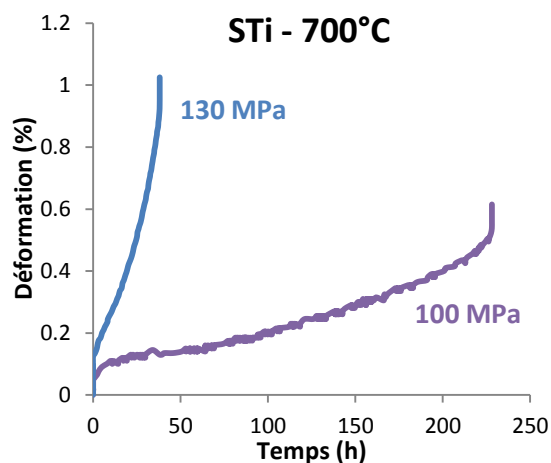
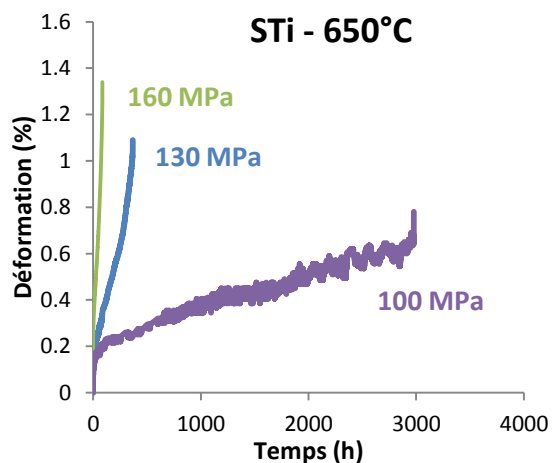


NR	Contrainte (MPa)	% $R_{p0,2\%}(T)$	Vitesse de fluage secondaire ( $10^{-6} h^{-1}$ )	Temps à rupture (h)	Déformation à rupture (%)
650°C	50	50	3520	66	70,7
	70	70	23400	10,5	75,6
	85	85	48900	6	80
700°C	50	65	1576	2	42
	70	90	17341	0,2	51

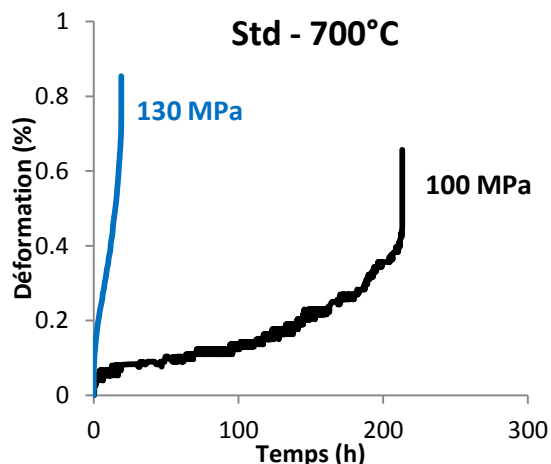
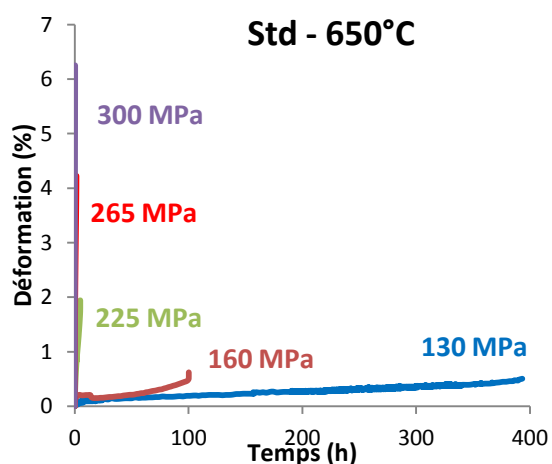


FaR	Contrainte (MPa)	% $R_{p0,2\%}(T)$	Vitesse de fluage secondaire ( $10^{-6} h^{-1}$ )	Temps à rupture (h)	Déformation à rupture (%)
650°C	100	40	4,7	962	1,4
	120	45	11	333	1,2
	130	50	34,9	160	1,6

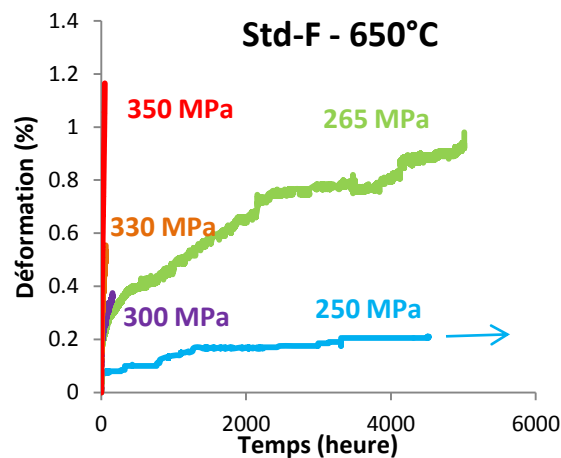
	160	60	186	50	2,2
700°C	100	60	102	60,5	1,7
	120	55	405	22	1,5
	130	45	1080	12	2,8



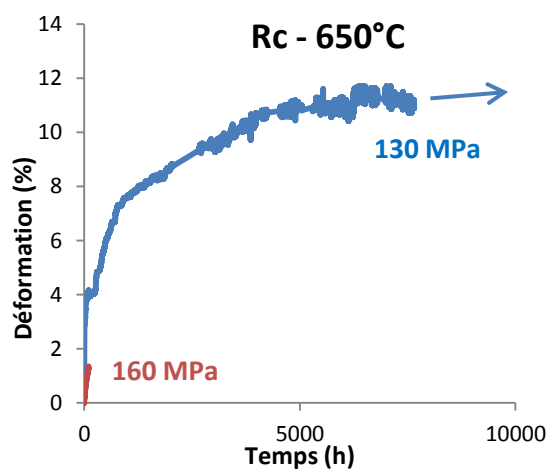
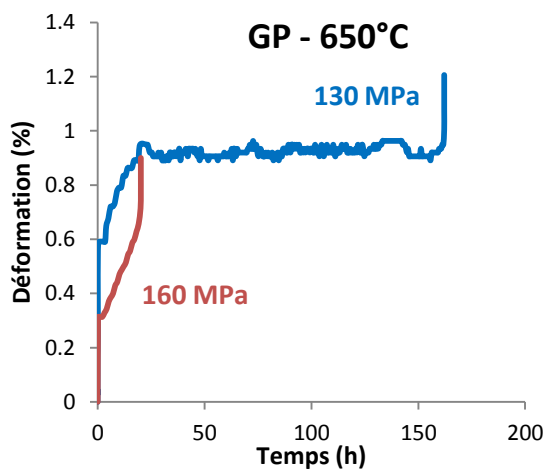
STi	Contrainte (MPa)	% Rp <sub>0,2%</sub> (T)	Vitesse de fluage secondaire (10 <sup>-6</sup> h <sup>-1</sup> )	Temps à rupture (h)	Déformation à rupture (%)
650°C	100	30	1,3	2978	0,8
	130	40	18,5	370	1,1
	160	50	83,6	85	1,3
700°C	100	40	17,5	230	0,6
	130	50	158	40	1,0



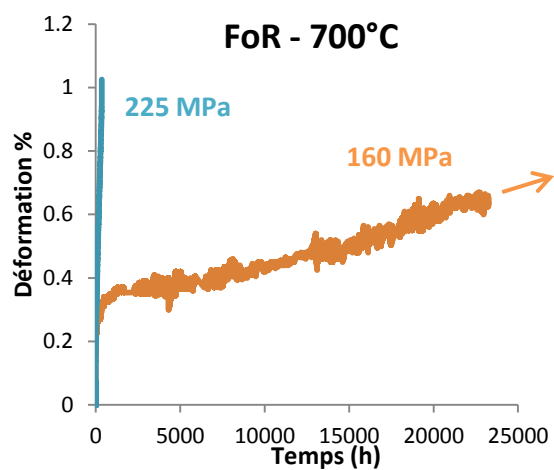
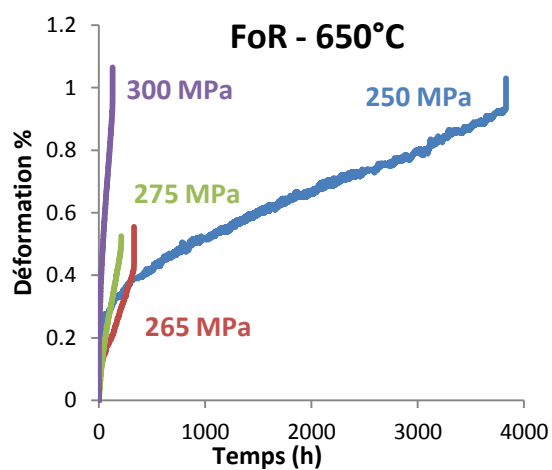
Std	Contrainte (MPa)	% Rp <sub>0,2%</sub> (T)	Vitesse de fluage secondaire (10 <sup>-6</sup> h <sup>-1</sup> )	Temps à rupture (h)	Déformation à rupture (%)
650°C	130	40	7,6	393	0,5
	160	50	21	100	0,5
	225	70	2370	4,9	1,9
	265	85	17300	1,4	4,2
	300	95	96200	0,4	6,3
700°C	100	40	6,4	213	0,7
	130	50	237	19	0,9



Std-F [37]	Contrainte (MPa)	% $R_{p0,2\%}(T)$	Vitesse de fluage secondaire ( $10^{-6} \text{ h}^{-1}$ )	Temps à rupture (h)	Déformation à rupture (%)
650°C	350	85	173	50	1,2
	330	80	47,6	61	0,6
	300	73	10,8	155	0,4
	265	65	1,3	5011	1,0
	250	60	En cours	En cours	En cours



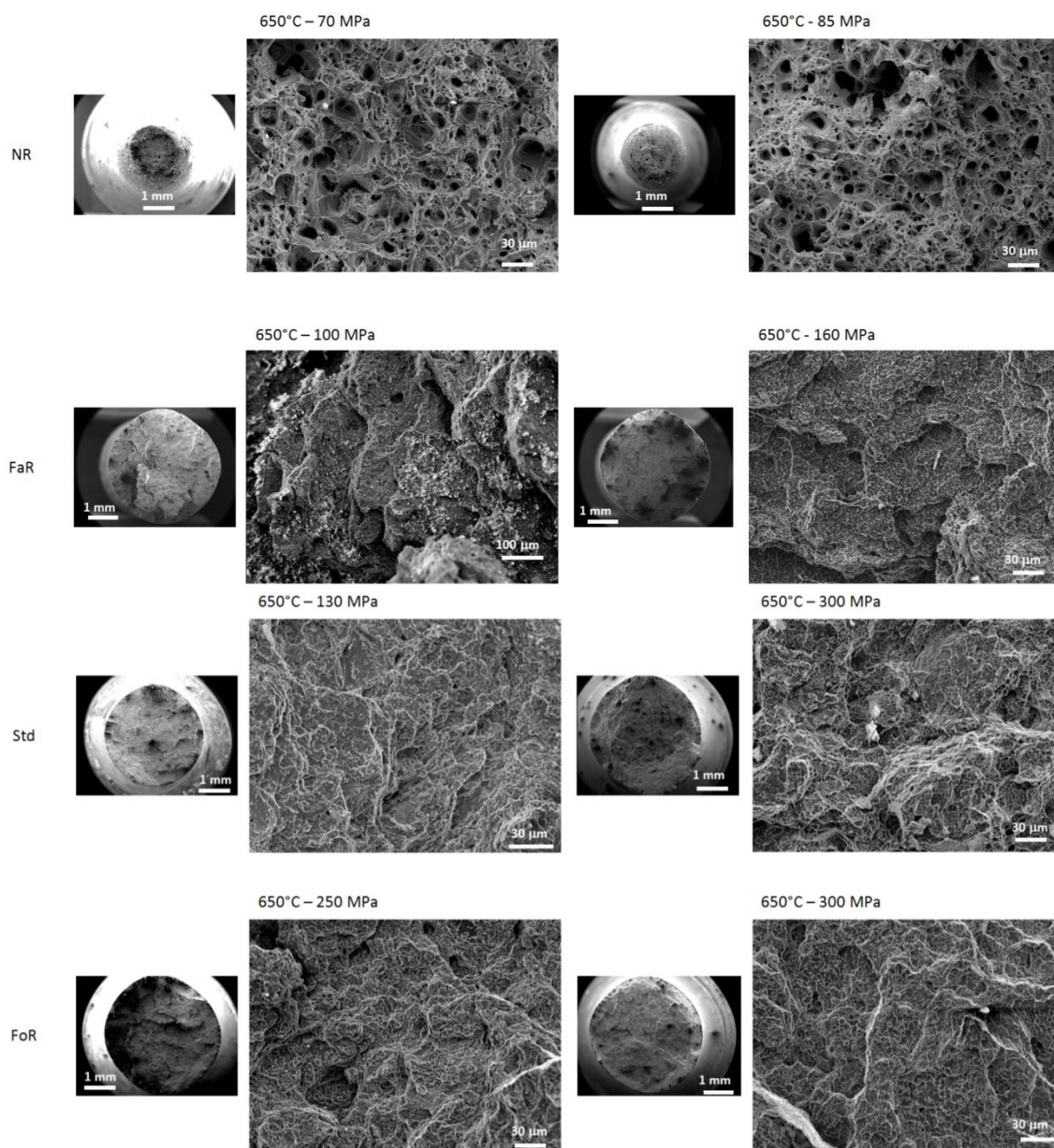
Rc	Contrainte (MPa)	% $R_{p0,2\%}(T)$	Vitesse de fluage secondaire ( $10^{-6} \text{ h}^{-1}$ )	Temps à rupture (h)	Déformation à rupture (%)
650°C	130	40	En cours	En cours	En cours
	160	50	96.6	103	1,4
<hr/>					
GP					
650°C	130	40	2,5	162	1,2
	160	50	282	20	1,0



FoR	Contrainte (MPa)	% $R_{p0,2\%}(T)$	Vitesse de fluage secondaire ( $10^{-6} h^{-1}$ )	Temps à rupture (h)	Déformation à rupture (%)
650°C	250	59	4,4	3829	1,0
	265	60	10,1	331	0,6
	275	65	18,6	211	0,5
	300	70	48	128	1,1
700°C	160	40	En cours	En cours	En cours
	225	60	19	467,6	0,9

## Annexe 8 : Faciès de rupture d'éprouvettes testées en fluage

Les faciès de rupture d'éprouvettes de fluage rompues à 650°C ont été observés au MEB. Quelle que soit la contrainte appliquée, on retrouve des faciès de rupture accidentés pour les nuances ODS étudiées, tels qu'observés sur les faciès de rupture en traction à 650°C. En ce qui concerne la nuance NR, on retrouve un faciès composé de grosses cupules.







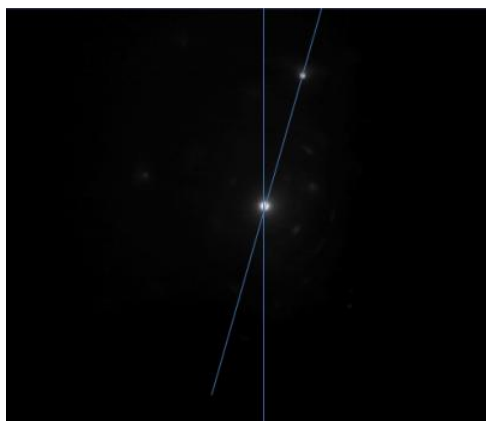
## Annexe 9: Méthode de détermination des plans de glissements à partir de la reconstruction de la projection stéréographique

L'étude des plans de glissement et du vecteur de Burgers associé à ceux-ci a été réalisée en déterminant la projection stéréographique, tracée à l'aide du logiciel stéréoproj développé par F. Mompiau (CEMES), pour les différents grains étudiés. Pour cela, plusieurs clichés de diffraction ont été pris au MET avec différents angles de tilt. Pour chaque cliché de diffraction, l'angle d'inclinaison par rapport à l'axe vertical, correspondant à l'axe de tilt principal, est mesuré. La distance entre deux spots est également mesurée afin de déterminer la famille de plans diffractant. En effet, la distance inter-réticulaire peut être déterminée à partir de cette distance entre deux spots. Pour rappel, la distance inter-réticulaire  $d_{hkl}$  d'une structure cubique centrée s'exprime via la formule suivante :

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

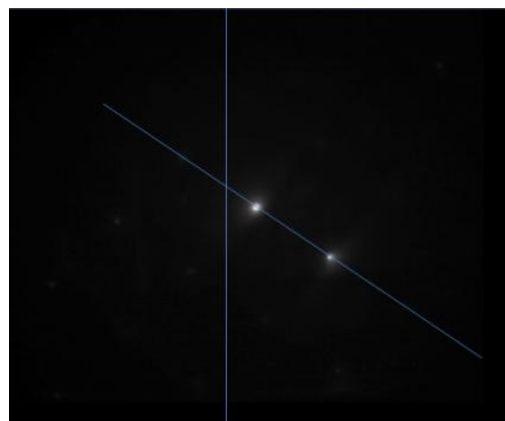
Avec  $a$  le paramètre de maille,  $h$ ,  $k$  et  $l$  les indices de Miller.

Lorsque l'indexation des différents vecteurs de diffraction du grain étudié est terminée, ces derniers sont reportés sur l'abaque de Wulff avec les angles de tilt ainsi que les angles d'inclinaison associés. Cette représentation stéréographique permet de déterminer l'orientation du grain à 0° de tilt. Cette méthode de reconstruction de l'orientation du grain a été utilisée à 400 (Figure 184 et Figure 185), 600 (Figure 186) et 650°C (Figure 187).



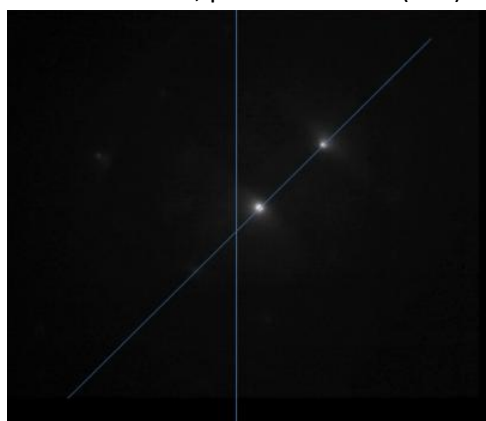
-3° de tilt, 80 cm.

Inclinaison 17 ; plan diffractant (123).



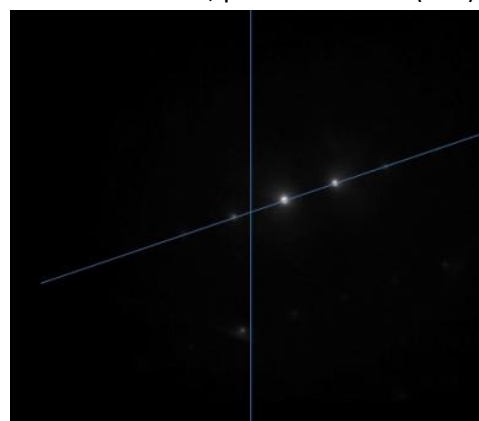
4,6° de tilt, 80 cm.

Inclinaison  $124^\circ$ ; plan diffractant (112).



8,3° de tilt, 80 cm.

Inclinaison 45°; plan diffractant (112).



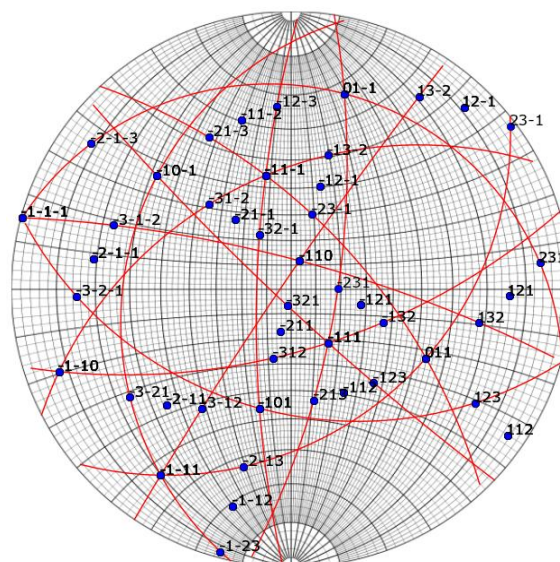
-8,4° de tilt, 80 cm.

Inclinaison 71,5°; plan diffractant (110).



21° de tilt, 80 cm.

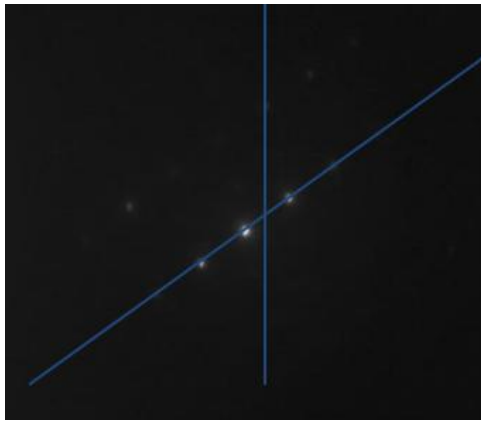
Inclinaison 98°; plan diffractant (123).



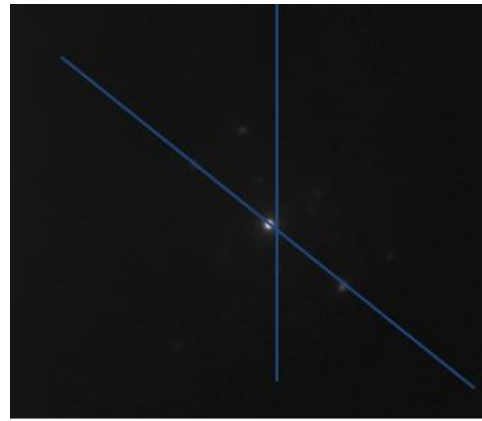
## Projection stéréographique

**Figure 184** : Différents clichés de diffraction d'un grain de la nuance Std à 400°C avec la projection stéréographique associée. Pour chaque cliché de diffraction, l'angle d'inclinaison et le plan diffractant sont indiqués.

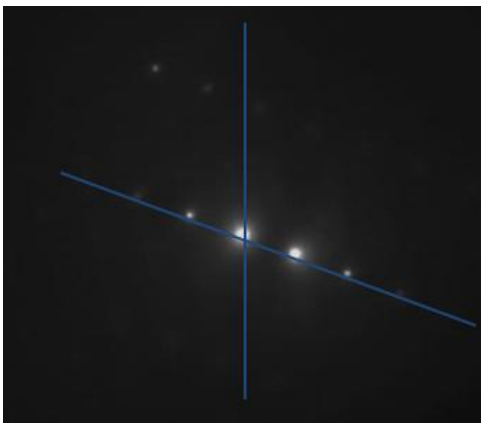




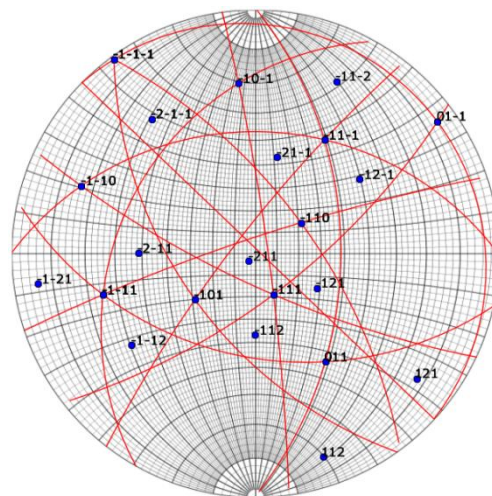
6,6° de tilt, 80 cm.  
Inclinaison 55,5 ; plan diffractant (110).



14,5° de tilt, 80 cm.  
Inclinaison 127,5° ; plan diffractant (112).

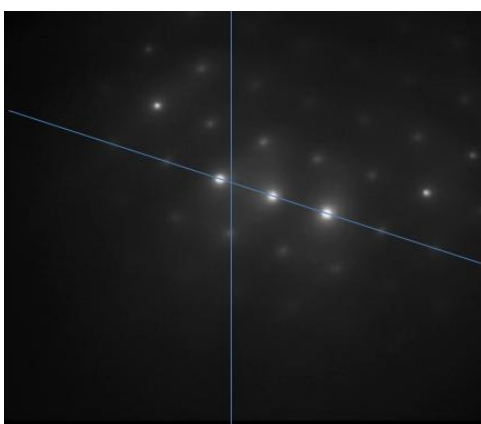


-16° de tilt, 80 cm.  
Inclinaison 109,5° ; plan diffractant (110).

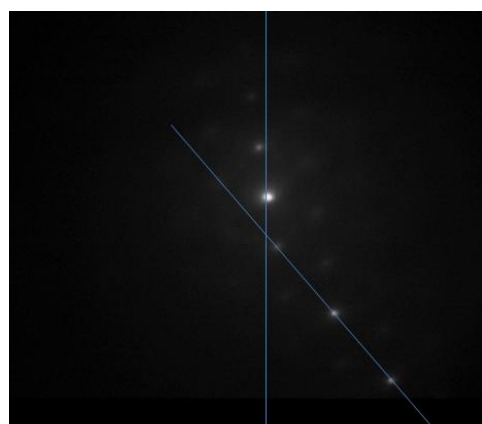


Projection stéréographique

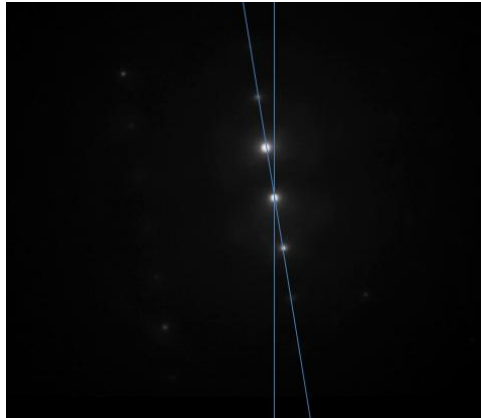
**Figure 186 :** Différents clichés de diffraction d'un grain de la nuance Std à 600°C avec la projection stéréographique associée. Pour chaque cliché de diffraction, l'angle d'inclinaison et le plan diffractant sont indiqués.



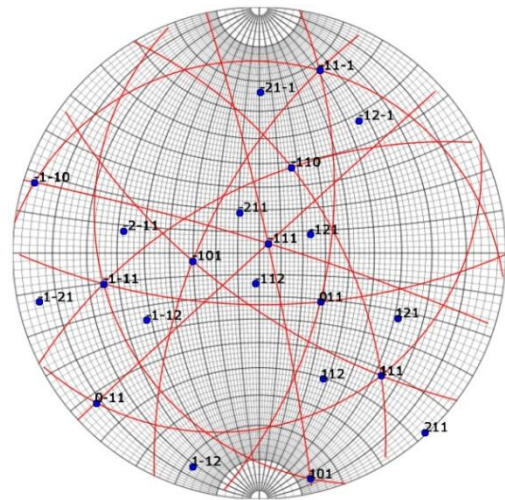
-2,7° de tilt, 80 cm.  
Inclinaison 107,5 ; plan diffractant (110).



3,7° de tilt, 80 cm.  
Inclinaison 139° ; plan diffractant (112).



15° de tilt, 80 cm.  
Inclinaison 170°; plan diffractant (110).



**Figure 187** : Différents clichés de diffraction d'un grain de la nuance Std à 650°C avec la projection stéréographique associée. Pour chaque cliché de diffraction, l'angle d'inclinaison et le plan diffractant sont indiqués.



## Bibliographie

- [1] J. P. Cretté, «Réacteurs à neutrons rapides refroidis au sodium,» *Techniques de l'ingénieur*, n°BN 3-170, 2006.
- [2] Y. De Carlan, J. Henry, H. Burlet et A. Grosman, «Les matériaux métalliques, une des clés de la 4ème génération,» *Clefs CEA : Systèmes nucléaires du futur - Génération IV*, vol. 55, pp. 11-16, 2007.
- [3] J. L. Séran et A. Barbu, «Le gonflement des aciers sous irradiation neutronique,» *Clefs CEA*, vol. 15, pp. 1-14, 1989.
- [4] P. Dubuisson, D. Gilbon et J. L. Séran, «Microstructural evolution of ferritic-martensitic steels irradiated in the fast breeder reactor Phénix,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 205, pp. 178-189, 1993.
- [5] F. A. Garner, M. B. Toloczko et B. H. Sencer, «Comparison of swelling and irradiation creep behavior of fcc-austenitic and bcc-ferritic/martensitic alloys at high neutron exposure,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 276, pp. 123-142, 2000.
- [6] Y. De Carlan, «Les alliages ODS pour les structures sous irradiation,» *Clefs CEA*, vol. 59, pp. 31-34, 2010.
- [7] J. Ribis et S. Lozano-Perez, «Nano-cluster stability following neutron irradiation in MA957 oxide dispersion strengthened material,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 444, pp. 314-322, 2014.
- [8] N. Villar et J. Masounave, «Elaboration des composites à particules,» *Techniques de l'ingénieur*, n°M 2-448, 1996.
- [9] J. S. Benjamin, «Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying,» *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 1, pp. 2943-2951, 1970.
- [10] N. Y. Iwata, A. Kimura, M. Fujiwara et N. Kawashima, «Effect of milling on morphological and microstructural properties of powder particles for high-Cr oxide dispersion strengthened ferritic steels,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 367/370, pp. 191-195, 2007.
- [11] T. Okuda et M. Fujiwara, «Dispersion behavior of oxide particles in mechanically alloyed ODS steels,» *Journal of Materials Science Letters*, vol. 14, pp. 1600-1603, 1995.
- [12] J. M. Gentzbittel, I. Chu et H. Burlet, «The effect of hot isostatic pressing parameters on microstructure and mechanical properties of Eurofer powder HIPes material,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 307/311, pp. 540-543, 2002.
- [13] P. Olier, A. Bougault, A. Alamo et Y. De Carlan, «Effects of the forming processes and  $Y_2O_3$  content on ODS-EUROFER mechanical properties,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 386/388,



pp. 561-563, 2009.

- [14] Y. Kim, K. H. Lee, E. P. Kim, D. I. Choeng et S. H. Hong, «Fabrication of high temperature oxides dispersion strengthened tungsten composites by spark plasma sintering process,» *Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, vol. 27, pp. 842-846, 2009.
- [15] Z. A. Munir, U. Anselmi-Tamburini et M. Ohyanagi, «The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: A review of the spark plasma sintering method,» *Journal of Material Science*, vol. 41, pp. 763-777, 2006.
- [16] X. Boulnat, D. Fabrègue, M. Perez, Y. De Carlan et M. H. Mathon, «High-temperature tensile properties of nano-Oxide Dispersion Strengthened ferritic steels produced by Mechanical Alloying and Spark Plasma Sintering,» *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 44, pp. 2461-2465, 2013.
- [17] Q. Sun, T. Zhang, X. Wang, Q. Fang, T. Hao et C. Liu, «Microstructure and mechanical properties of oxide dispersion strengthened ferritic steel prepared by a novel route,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 424, pp. 279-284, 2012.
- [18] A. De Bremaecker, «Past research and fabrication conducted at SCK.CEN on ferritic ODS alloys used as cladding for FBR's fuel pins,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 428, pp. 13-30, 2012.
- [19] A. Alamo, V. Lambard, X. Averty et M. H. Mathon, «Assessment of 14%Cr ferritic alloy for high temperature applications,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 329/333, pp. 333-337, 2004.
- [20] M. B. Toloczko, D. S. Gelles, F. A. Garner, R. J. Kurtz et K. Abe, «Irradiation creep and swelling from 400 to 600°C of the oxide dispersion strengthened alloys MA957,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 329/333, pp. 352-355, 2004.
- [21] R. L. Klueh, J. P. Schingledecker, R. W. Swindeman et D. T. Hoelzer, «Oxide dispersion strengthened steels: a comparison of some commercial and experimental alloys,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 341, pp. 103-114, 2005.
- [22] C. Zakine, «Thèse Ecole Centrale de Paris : Plasticité des alliages ferritiques renforcés par dispersion d'oxydes,» 1994.
- [23] H. Réglé, «Thèse Université de Paris-Sud XI, Orsay : Alliages ferritiques 14/20% de chrome renforcés par dispersion d'oxydes. Effets des procédés de mise en forme sur les textures de déformation, la recristallisation et les propriétés de traction,» 1994.
- [24] C. Capdevilla, Y. L. Chen, N. C. K. Lassen, A. R. Jones et H. K. D. H. Bhadeshia, «Heterogeneous deformation and recrystallization of iron base oxide dispersion strengthened PM2000 alloy,» *Materials Science and Technology*, vol. 17, pp. 693-699, 2001.
- [25] H. Y. Kim, O. Y. Kwon, J. Jang et S. H. Hong, «Modification of anisotropic mechanical properties in recrystallized oxide dispersion strengthened ferritic alloy,» *Scripta Materialia*, vol. 54, pp.

1703-1707, 2006.

- [26] J. L. Séran, A. Alamo, A. Maillard, H. Touron, J. C. Brachet, P. Dubuisson et O. Rabouille, «Pre- and post-irradiation mechanical properties of ferritic-martensitic steels for fusion applications: EM10 base metal and EM10/EM10 welds,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 212/215, pp. 588-593, 1994.
- [27] P. Parmentier, A. Alamo et N. Llorca, «Optimisation de l'élaboration et de la mise en forme d'aciers renforcés par dispersion d'oxydes (ODS),» chez *Matériaux*, 2002.
- [28] R. L. Klueh, P. J. Maziasz, I. S. Kim, L. Heartherly, D. T. Hoelzer, N. Hashimoto, E. A. Kenik et K. Miyahara, «Tensile and creep properties of an oxide dispersion strengthened ferritic steel,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 307/311, pp. 773-777, 2002.
- [29] R. Lindau, A. Moslang, M. Rieth, M. Klimiankou, E. Materna-Morris, A. Alamo, A. A. F. Tavassoli, C. Cayron, A. M. Lancha, P. Fernandez, N. Baluc, R. Schaublin, E. Diegele, G. Filacchioni, J. W. Rensman, B. V. D. Schaaf et E. Lucon, «Present development status of EUROFER and ODS-EUROFER for application in blanket concepts,» *Fusion Engineering and Design*, vol. 75/79, pp. 989-996, 2005.
- [30] D. A. McClintock, M. A. Sokolov, D. T. Hoelzer et R. K. Nanstad, «Mechanical properties of irradiated ODS-EUROFER and nanocluster strengthened 14YWT,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 392, pp. 353-359, 2009.
- [31] T. Okuda, S. Nomura, N. Nakanishi, M. Fujiwara et H. Takahashi, «Development of oxide dispersion strengthened (ODS) ferritic alloys with excellent high temperature creep strength and neutron irradiation resistance,» *Symposium Proc. 1st Japan International SAMPE*, pp. 1616-1621, 1989.
- [32] S. Ukai, M. Harada, H. Okada, M. Inoue, S. Nomura, S. Shikakura, K. Asabe, T. Nishida et M. Fujiwara, «Alloying design of oxide dispersion strengthened ferritic steel for long life FBRs core materials,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 204, pp. 65-73, 1993.
- [33] S. Ukai, M. Harada, H. Okada, M. Inoue, S. Nomura, S. Shikakura, T. Nishida, M. Fujiwara et K. Asabe, «Tube manufacturing and mechanical properties of oxide dispersion strengthened ferritic steel,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 204, pp. 74-80, 1993.
- [34] P. J. Cunat, «Aciers inoxydables - Critères de choix et structure,» *Techniques de l'ingénieur*, n°M 4-540, 2000.
- [35] A. Steckmeyer, M. Praud, B. Fournier, J. Malaplate, J. Garnier, J. L. Béchade, I. Tournié, A. Tancray, A. Bougault et P. Bonnaillie, «Tensile properties and deformation mechanisms of a 14Cr ODS ferritic steel,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 405, pp. 95-100, 2010.
- [36] H. Okada, S. Ukai et M. Inoue, «Effect of grain morphology and texture on high temperature deformation in oxide dispersion strengthened ferritic steels,» *Journal of Nuclear Science and*

- Technology*, vol. 33, pp. 936-943, 1996.
- [37] M. Praud, «Thèse Université Paul Sabatier, Toulouse 3 : Plasticité d'alliages renforcés par nano-précipitation,» 2013.
  - [38] L. Toualbi, C. Cayron, P. Olier, R. Logé et Y. De Carlan, «Relationships between mechanical behavior and microstructural evolutions in Fe 9Cr-ODS during the fabrication route of SFR cladding tubes,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 442, pp. 410-416, 2013.
  - [39] M. A. Auger, T. Leguey, A. Munoz, M. A. Monge, V. De Castro, P. Fernandez, G. Garcés et R. Pareja, «Microstructure and mechanical properties of ultrafine-grained Fe-14Cr and ODS Fe-14Cr model alloys,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 417, pp. 213-216, 2011.
  - [40] Z. Oksiuta et N. Baluc, «Effect of mechanical alloying atmosphere on the microstructure and Charpy impact properties of an ODS ferritic steel,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 386/388, pp. 426-429, 2009.
  - [41] P. He, M. Klimenkov, R. Lindau et A. Möslang, «Characterization of precipitates in nano structured 14% Cr ODS alloys for fusion application,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 428, pp. 131-138, 2012.
  - [42] P. Dou, A. Kimura, R. Kasada, T. Okuda, M. Inoue, S. Ukai, S. Ohnuki, T. Fujisawa et F. Abe, «Effects of titanium concentration and tungsten addition on the nano-mesoscopic structure on high-Cr oxide dispersion strengthened (ODS) ferritic steels,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 442, pp. 95-100, 2013.
  - [43] C. Zakine, C. Prioul et D. Francois, «Influence of the K<sub>h</sub>i-phase on the tensile properties of ODS steels,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 230, pp. 78-83, 1996.
  - [44] H. Sakasegawa, L. Chaffron, F. Legendre, L. Boulanger, T. Cozzika, M. Brocq et Y. De Carlan, «Correlation between chemical composition and size of very small oxide particles in the MA957 ODS ferritic alloy,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 384, pp. 115-118, 2009.
  - [45] M. Ratti, «Thèse Institut Polytechnique de Grenoble : Développement de nouvelles nuances d'aciers ferritiques/martensitiques pour le gainage d'éléments combustibles des Réacteurs à Neutrons Rapides au sodium,» 2010.
  - [46] S. Ukai, T. Nishida, T. Okuda et T. Yoshitake, «Development of oxide dispersion strengthened steels for FBR core application (II),» *Journal of Nuclear Science and Technology*, vol. 35, pp. 294-300, 1988.
  - [47] J. H. Kim, T. S. Byun, D. T. Hoelzer, S. W. Kim et B. H. Lee, «Temperature dependence of strengthening mechanisms in the nanostructured ferritic alloy 14YWT: Part I - Mechanical and microstructural observations,» *Materials Science & Engineering A*, vol. 559, pp. 101-110, 2013.
  - [48] F. Saint-Antonin, «Essais de fluage,» *Techniques de l'ingénieur*, n°M 140, 1995.

- [49] E. W. Hart, «Theory of the tensile test,» *Acta Metallurgica*, vol. 15, pp. 351-355, 1967.
- [50] A. Steckmeyer, «Thèse de l'Ecole des Mines de Paris : Modélisation du comportement mécanique à haute température des aciers renforcés par nanoprécipitation,» 2013.
- [51] C. Zakine, C. Prioul et D. Francois, «Creep behaviour of ODS steels,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 219, pp. 102-108, 1996.
- [52] A. K. Bhargava et C. P. Sharma, «Mechanical Behaviour and testing of materials,» PHI Learning Private Limited, Delhi, 2011.
- [53] Y. Sugino, S. Ukai, B. Leng, N. Oono, S. Hayashi, T. Kaito et S. Ohtsuka, «Grain boundary sliding at high temperature deformation in cold-rolled ODS ferritic steels,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 452, pp. 628-632, 2014.
- [54] H. J. Frost et M. F. Ashby, «Deformation-mechanism maps, the plasticity and creep of metals and ceramics,» Pergamon Press, 1982.
- [55] R. Peierls, «The size of dislocation,» *Proceedings of the Physical Society*, vol. 52, pp. 34-37, 1940.
- [56] F. R. N. Nabarro, «Dislocations in a simple cubic lattice,» *Proceedings of the Physical Society*, vol. 59, pp. 256-272, 1947.
- [57] G. Fribourg, «Thèse Institut Polytechnique de Grenoble : Couplages entre précipitation et plasticité dans un alliage d'aluminium 7xxx : Application à des traitements thermomécaniques de réduction des distorsions dans des composants aéronautiques,» 2009.
- [58] B. Thomas et J. H. Schmitt, «Durcissement des aciers - Mécanismes,» *Techniques de l'ingénieur*, n°M 4-340, 2002.
- [59] C. E. Lacy et M. Gensamer, «The tensile properties of alloyed ferrites,» *Transactions of the American Society for Metals*, vol. 32, p. 88, 1944.
- [60] W. C. Leslie, «Iron and its dilute substitutional solid solutions,» *Metallurgical Transactions*, vol. 3, pp. 5-26, 1972.
- [61] F. Garofalo, «Déformation et rupture par fluage,» Dunod, Paris, 1970.
- [62] E. O. Hall, «The deformation and ageing of mild steel: III discussion of results,» *Proceedings of the Physical Society. Section B*, vol. 64, pp. 747-753, 1951.
- [63] N. J. Petch, «The cleavage strength of polycrystals,» *Journal of the Iron and Steel Institute*, vol. 174, pp. 25-28, 1953.
- [64] J. Friedel, «Dislocations,» Pergamon Press, 1963.
- [65] P. He, «On the structure-property correlation and the evolution of nanofeatures in 12-13% Cr

- oxide dispersion strengthened ferritic steels,» KIT Scientific Publishing, Karlsruhe, 2013.
- [66] R. W. Armstrong, «Engineering science aspects of the Hall-Petch relation,» chez *50th Annual Technical Meeting of the Society of Engineering Science*, Providence, 2013.
  - [67] S. C. Wang, Z. Zhu et M. J. Starink, «Estimation of dislocation densities in cold rolled Al-Mg-Cu-Mn alloys by combination of yield strength data, EBSD and strength models,» *Journal of Microscopy*, vol. 217, pp. 174-178, 2005.
  - [68] W. J. Nam, C. M. Bae et C. S. Lee, «Effect of the carbon content on the Hall-Petch parameter in cold drawn pearlitic steel wires,» *Journal of Materials Science*, vol. 37, pp. 2243-2249, 2002.
  - [69] T. H. Courtney, «Mechanical behavior of materials: second edition,» Waveland Press, Illinois, 2000.
  - [70] S. Takaki, K. Kawasaki et Y. Kimura, «Mechanical properties of ultra fine grained steels,» *Journal of Processing Technology*, vol. 117, pp. 359-363, 2001.
  - [71] G. I. Taylor, «The mechanism of plastic deformation of crystals. Part I. Theoretical,» *Proceeding of the royal society of London A: Mathematical, physical & engineering sciences*, vol. 145, pp. 362-387, 1934.
  - [72] C. Hin et B. D. Wirth, «Formation of  $Y_2O_3$  nanoclusters in nano-structured ferritic alloys: Modeling of precipitation kinetics and yield strength,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 402, pp. 30-37, 2010.
  - [73] Q. Puydt, «Thèse Institut Polytechnique de Grenoble : Comportement mécanique de soudures en alliage d'aluminium de la série 7xxx : de la microstructure à la modélisation de la rupture,» 2012.
  - [74] J. W. Martin, «Micromechanisms in particle-hardened alloys,» Cambridge University Press, 1980.
  - [75] E. Nembach, «Particle strengthening of metals and alloys,» Wiley interscience publication, New York, 1997.
  - [76] M. Clavel et A. Pineau, «Fatigue behaviour of two nickel-base alloys I: Experimental results on the low cycle fatigue, fatigue crack propagation and substructures,» *Materials Science and Engineering*, vol. 55, pp. 157-171, 1982.
  - [77] F. Mompiou, «Durcir un métal,» <http://mompiau.free.fr>.
  - [78] A. J. Ardell, «Precipitation hardening,» *Metallurgical Transactions A*, vol. 16, pp. 2131-2165, 1985.
  - [79] U. F. Kocks, «A statistical theory of flow stress and work-hardening,» *Philosophical Magazine*, vol. 13, pp. 541-566, 1966.

- [80] A. J. E. Foreman et M. J. Makin, «Dislocation movement through random arrays of obstacles,» *Philosophical Magazine*, vol. 14, pp. 911-924, 1966.
- [81] J. H. Kim, T. S. Byun, D. T. Hoelzer, C. H. Park, J. T. Yeom et J. K. Hong, «Temperature dependence of strengthening mechanisms in the nanostructured ferritic alloy 14YWT: Part II - Mechanistic models and predictions,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 559, pp. 111-118, 2013.
- [82] A. Deschamps et Y. Bréchet, «Influence of predeformation and ageing of an Al-Zn-Mg alloy - II. Modeling of precipitation kinetics and yield stress,» *Acta Materialia*, vol. 47, pp. 293-305, 1999.
- [83] A. Deschamps, «Mémoire d'habilitation à diriger des recherches INP Grenoble : Précipitation durcissante dans les matériaux de structure,» 2009.
- [84] R. S. W. Shewfelt et L. M. Brown, «High-temperature strength of dispersion-hardened single crystals II. Theory,» *Philosophical Magazine*, vol. 35, pp. 945-962, 1977.
- [85] E. Arzt et M. F. Ashby, «Threshold stresses in materials containing dispersed particles,» *Scripta Metallurgica*, vol. 16, pp. 1285-1290, 1982.
- [86] J. Rösler et E. Arzt, «The kinetics of dislocation climb over hard particles - I. Climb without attractive particle-dislocation interaction,» *Acta Metallurgica*, vol. 36, pp. 1043-1051, 1988.
- [87] D. Srolovitz, R. Petkovic-Luton et M. J. Luton, «On dislocation-incoherent particle interactions at high temperatures,» *Scripta Metallurgica*, vol. 16, pp. 1401-1406, 1982.
- [88] E. Arzt et D. S. Wilkinson, «Threshold stresses for dislocation climb over hard particles: The effect of an attractive interaction,» *Acta Metallurgica*, vol. 34, pp. 1893-1898, 1986.
- [89] B. Reppich, «On the attractive particle-dislocation interaction in dispersion-strengthened material,» *Acta Materialia*, vol. 46, pp. 61-67, 1998.
- [90] J. L. Pouchou, «L'analyse EBSD Principes et applications,» EDP Sciences, 2004.
- [91] O. Glatter et O. Kratky, «Small angle X-ray Scattering,» Academic Press Inc., 1982.
- [92] A. Deschamps, «Thèse Institut Polytechnique de Grenoble : Influence de la prédéformation et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages Al-Zn-Mg-Cu,» 1997.
- [93] F. De Geuser et A. Deschamps, «Precipitate characterisation in metallic systems by small-angle X-ray or neutron scattering,» *Comptes Rendus Physique*, vol. 13, pp. 246-256, 2012.
- [94] A. Deschamps et F. De Geuser, «On the validity of simple precipitate size measurements by small-angle scattering in metallic systems,» *Journal of Applied Crystallography*, vol. 44, pp. 343-352, 2011.

- [95] P. C. Oliver et G. M. Pharr, «Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology,» *Journal of Materials Research*, vol. 19, pp. 3-20, 2004.
- [96] T. Leblond, P. Olier, D. Nunes, D. Bossu et G. Loupiau, «Comparison of properties of extruded steels reinforced or not by Y-Ti-O nanoparticles,» chez *3rd International Conference on Thermomechanical Processing of Steels*, Padova, 2008.
- [97] B. Raj et M. Vijayalakshmi, «Ferritic steels and advanced ferritic-martensitic steels,» *Comprehensive Nuclear Materials*, vol. 4, pp. 97-121, 2012.
- [98] L. Toualbi, C. Cayron, P. Olier, J. Malaplate, M. Praud, M. H. Mathon, D. Bossu, E. Rouesne, A. Montani, R. Logé et Y. De Carlan, «Assessment of a new fabrication route for Fe-9Cr-1W ODS cladding tubes,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 428, pp. 47-53, 2012.
- [99] B. Gwinner, M. Auroy, D. Mas, A. Saint-Jevin et S. Pasquier-Tilliette, «Impact of the use of the ferritic/martensitic ODS steels cladding on the fuel processing PUREX process,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 428, pp. 110-116, 2012.
- [100] A. L. Rouffié, «Thèse Ecole nationale supérieure des Mines de Paris : Compréhension et modélisation de la rupture fragile des aciers renforcés par nano-précipitation - effets de texture, de vieillissement et de composition,» 2014.
- [101] T. Matsuo, T. Shinoda et R. Tanaka, «Effect of substitutional Solid Solution elements (W, Mo, Al, Mn and Cu) on the high temperature strength of 17Cr-14Ni austenitic steel,» *Tetsu to Hagane*, vol. 63, pp. 980-989, 1977.
- [102] F. Abe et S. Nakazawa, «The effect of tungsten on creep behavior of tempered martensitic 9Cr steels,» *Metallurgical Transactions A*, vol. 23, pp. 3026-3034, 1992.
- [103] F. Abe, T. Noda, H. Araki et S. Nakazawa, «Alloy composition selection for improving strength and toughness of reduced activation 9Cr-W steels,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 179/181, pp. 663-666, 1991.
- [104] C. S. Sasmal, K. S. Chandravathi, M. Nandagopal, S. Panner Selvi, P. Parameswaran, K. Laha, M. D. Mathew, T. Jayakumar et E. Rajendra Kumar, «Effect of tungsten on mechanical properties of reduced activation ferritic-martensitic steel subjected to intercritical heat treatment,» *Procedia Engineering*, vol. 55, pp. 277-283, 2013.
- [105] T. Narita, S. Ukai, S. Ohtsuka et M. Inoue, «Effect of tungsten addition on microstructure and high-temperature strength of 9CrODS ferritic steel,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 417, pp. 158-161, 2011.
- [106] I. S. Kim, B. Y. Choi, C. Y. Kang, T. Okuda, P. J. Maziasz et K. Miyahara, «Effect of Ti and W on the mechanical properties and microstructure of 12% Cr base mechanical-alloyed nano-sized ODS ferritic alloys,» *ISIJ International*, vol. 43, pp. 1640-1646, 2003.



- [107] F. Abe, H. Araki, T. Noda et M. Okada, «Microstructure and toughness of Cr-W and Cr-V ferritic steels,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 155/157, pp. 656-661, 1988.
- [108] W. Coolidge, «Tungsten and method of making the same for use as filaments of incandescent electric lamps and for other purposes». Brevet US Patent 1082933, 1912.
- [109] J. S. Benjamin, «Mechanical alloying - History and futur potential,» *Advances in Powder Metallurgy and Materials Processing*, vol. 7, pp. 155-198, 1992.
- [110] D. Dugrillon, «Les électrodes en tungstène thorié,» *Direction des risques professionnels caisse régionale d'assurance maladie*, 2002.
- [111] M. Inoue, T. Kaito et S. Ohtsuka, «Research and development of Oxide Dispersion Strengthened ferritic steels for Sodium cooled Fast Breeder Reactor fuels,» *Materials for Generation IV nuclear materials*, 2007.
- [112] M. Laurent-Brocq, F. Legendre, M. H. Mathon, A. Mascaro, S. Poissonnet, B. Radiguet, P. Pareige, M. Loyer et O. Leseigneur, «Influence of ball-milling and annealing conditions on nanocluster characteristics in oxide dispersion strengthened steels,» *Acta Materialia*, vol. 60, pp. 7150-7159, 2012.
- [113] M. Couvrat, «Thèse de l'Université de Rennes 1 : Fabrication d'aciers ODS à haute performance : relation procédé microstructure propriétés mécaniques,» 2013.
- [114] M. Ratti, D. Leuvrey, M. H. Mathon et Y. De Carlan, «Influence of titanium on nano-cluster (Y-Ti-O) stability in ODS ferritic materials,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 386/388, pp. 540-543, 2006.
- [115] M. J. Alinger, G. R. Odette et D. T. Hoelzer, «On the role of alloy composition and processing parameters in nanocluster formation and dispersion strengthening in nanostructured ferritic alloys,» *Acta Materialia*, vol. 57, pp. 392-406, 2009.
- [116] S. Ukai, T. Nishida, H. Okada, T. Okuda et M. Fujiwara, «Development of oxide dispersion strengthened steels for FBR core application (I),» *Journal of Nuclear Science and Technology*, vol. 34, pp. 256-263, 1997.
- [117] S. Ohtsuka, S. Ukai et M. Fujiwara, «Nano-mesosopic structural control in 9CrODS ferritic/martensitic steels,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 351, pp. 241-246, 2006.
- [118] S. Ukai, T. Kaito, S. Ohtsuka, T. Narita, M. Fujiwara et T. Kobayashi, «Production and properties of nano-scale oxide dispersion strengthened (ODS) 9Cr martensitic steel cladding,» *ISIJ International*, vol. 43, pp. 2038-2045, 2003.
- [119] S. Ohtsuka, S. Ukai, M. Fujiwara, T. Kaito et T. Narita, «Nano-structure control in ODS martensitic steels by means of selecting titanium and oxygen contents,» *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. 66, pp. 571-575, 2005.

- [120] S. Ohtsuka, S. Ukai, M. Fujiwara, T. Kaito et T. Narita, «Improvement of 9Cr-ODS martensitic steel properties by controlling excess oxygen and titanium contents,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 329/333, pp. 372-376, 2004.
- [121] J. H. Lee, R. Kasada, A. Kimura, T. Okuda, M. Inoue, S. Ukai, S. Ohnuki, T. Fujiwara et F. Abe, «Influence of alloy composition and temperature on corrosion behavior of ODS ferritic steels,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 417, pp. 1225-1228, 2011.
- [122] T. Furukawa, S. Ohtsuka, M. Inoue, T. Okuda, F. Abe, S. Ohnuki, T. Fujisawa et A. Kimura, «Super ODS steels R&D for fuel cladding of next generation nuclear systems 4 : Mechanical properties at elevated temperatures,» *Proceeding of International Congress on Advances in Nuclear Power Plants 2009 (ICAPP 2009)*, pp. 2204-2209, 2009.
- [123] R. Kasada, N. Toda, K. Yutani, H. S. Cho, H. Kishimoto et A. Kimura, «Pre- and post deformation microstructures of oxide dispersion strengthened ferritic steels,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 367/370, pp. 222-228, 2007.
- [124] S. Ohtsuka, T. Kaito, M. Inoue, T. Asayama, S. W. Kim, S. Ukai, T. Narita et H. Sakasegawa, «Effects of aluminium in high-temperature strength of 9Cr-ODS steel,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 386/388, pp. 479-482, 2009.
- [125] S. Ukai, A. Kimura, M. Inoue, T. Kaito, S. Ohnuki, T. Fujisawa, T. Okuda et F. Abe, «Super ODS steels R&D for fuel cladding of next generation nuclear systems 10 : Cladding tube manufacturing and summary,» *Proceeding of International Congress on Advances in Nuclear Power Plants 2009 (ICAPP 2009)*, pp. 2239-2244, 2009.
- [126] A. Kimura, R. Kasada, N. Iwata, H. Kishimoto, C. H. Zhang, J. Isselin, P. Dou, J. H. Lee, N. Muthukumar, T. Okuda, M. Inoue, S. Ukai, S. Ohnuki, T. Fujisawa et F. Abe, «Development of Al added high-Cr ODS steels for fuel cladding of next generation nuclear systems,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 417, pp. 176-179, 2011.
- [127] L. L. Hsiung, M. J. Fluss et A. Kimura, «Structure of oxide particles in Fe-16Cr MA/ODS ferritic steel,» *Materials Letters*, vol. 64, pp. 1782-1785, 2010.
- [128] C. H. Zhang, A. Kimura, R. Kasada, J. Jang, H. Kishimoto et Y. T. Yang, «Characterization of the oxide particles in Al-added high-Cr ODS ferritic steels,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 417, pp. 221-224, 2011.
- [129] C. Z. Yu, H. Oka, N. Hashimoto et S. Ohnuki, «Development of damage structure in 16Cr-4Al ODS steels during electron-irradiation,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 417, pp. 286-288, 2011.
- [130] X. P. Xia, X. P. Wang, Z. Zhang, Q. X. Sun, T. Zhang, Q. F. Fang, T. Hao et C. S. Liu, «Microstructure and oxidation properties of 16Cr-5Al-ODS steel prepared by sol-gel and spark plasma sintering methods,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 432, pp. 198-204, 2013.
- [131] Y. Sawazaki, S. Ukai, Y. Sugino, S. Hayashi, N. Oono, K. Hamajima et A. Niwa, «Development of

- 15CrODS ferritic steels for over 1273 K service,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 442, pp. 169-172, 2013.
- [132] S. Ukai et M. Fujiwara, «Perspective of ODS alloys application in nuclear environments,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 307/311, pp. 749-757, 2002.
- [133] J. Isselin, R. Kasada, A. Kimura, T. Okuda, M. Inoue, S. Ukai, S. Ohnuki, T. Fujisawa et F. Abe, «Effects of Zr addition on the microstructure of 14%Cr4%Al ODS ferritic steels,» *Materials Transactions*, vol. 51, pp. 1011-1015, 2010.
- [134] Z. Yao, W. Xiong, G. Zhang, X. Chen et B. Huang, «Effects of Si addition on properties of Fe-Cr-W-Ti-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> alloy fabricated by mechanical alloying,» *Materials and Design*, vol. 56, pp. 953-958, 2014.
- [135] M. A. Auger, V. De Catro, T. Leguey, J. Tarcisio-Costa, M. A. Monge, A. Munoz et R. Pareja, «Effect of yttrium addition on the microstructure and mechanical properties of ODS RAF steels,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 455, pp. 600-604, 2014.
- [136] C. C. Eiselt, M. Klimenkov, R. Lindau, A. Möslang, H. R. Z. Sandim, A. F. Padilha et D. Raabe, «High-resolution transmission electron microscopy and electron backscatter diffraction in nanoscaled ferritic and ferritic-martensitic oxide dispersion strengthened-steels,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 385, pp. 231-235, 2009.
- [137] X. Boulnat, M. Perez, D. Fabregue, T. Douillard, M. H. Mathon et Y. De Carlan, «Microstructure evolution in nano-reinforced ferritic steel processed by mechanical alloying and spark plasma sintering,» *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 45, pp. 1485-1497, 2014.
- [138] V. De Castro, T. Leguey, M. A. Auger, S. Lozano-Perez et M. L. Jenkins, «Analytical characterization of secondary phases and void distributions in an ultrafine-grained ODS Fe-14Cr model alloy,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 417, pp. 217-220, 2011.
- [139] Z. Oksiuta et N. Baluc, «Microstructure and Charpy impact properties of 12-14Cr oxide dispersion-strengthened ferritic steels,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 374, pp. 178-184, 2008.
- [140] H. Kishimoto, M. J. Alinger, G. R. Odette et T. Yamamoto, «TEM examination of microstructural evolution during processing of 14CrYWTi nanostructured ferritic alloys,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 329/333, pp. 369-371, 2004.
- [141] Z. Oksiuta, A. Ozieblo, K. Perkowski, M. Osuchowski et M. Lewandowska, «Influence of HIP pressure on tensile properties of a 14Cr ODS ferritic steel,» *Fusion Engineering and Design*, vol. 89, pp. 137-141, 2014.
- [142] C. C. Eiselt, M. Klimenkov, R. Lindau et A. Möslang, «Characteristics results and prospects of the 13Cr-1W-0,3Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ODS steel,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 386/388, pp. 525-528, 2009.

- [143] C. Cayron, E. Rath, I. Chu et S. Launois, «Microstructural evolution of  $Y_2O_3$  and  $MgAl_2O_4$  ODS Eurofer steels during their elaboration by mechanical milling and hot isostatic pressing,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 335, pp. 83-102, 2004.
- [144] V. De Castro, T. Leguey, A. Munoz, M. A. Monge, P. Fernandez, A. M. Lancha et R. Pareja, «Mechanical and microstructural behaviour of  $Y_2O_3$  Eurofer 97,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 367/370, pp. 196-201, 2007.
- [145] V. De Castro, T. Leguey, A. Munoz, M. A. Monge, A. Pareja, E. A. Marquis, S. Lozano-Perez et M. L. Jenkins, «Microstructural characterization of  $Y_2O_3$  ODS Fe-Cr model alloys,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 386/388, pp. 449-452, 2009.
- [146] A. Garcia-Junceda, M. Hernandez-Mayoral et M. Serrano, «Influence of microstructure on the tensile and impact properties of a 14Cr ODS steel bar,» *Materials Science & Engineering A*, vol. 556, pp. 696-703, 2012.
- [147] Z. Oksiuta, P. Olier, Y. De Carlan et N. Baluc, «Development and characterisation of a new ODS ferritic steel for fusion reactor application,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 393, pp. 114-119, 2009.
- [148] H. Hadraba, B. Fournier, L. Stratil, J. Malaplate, A. L. Rouffié, P. Wident, L. Ziolek et J. L. Béchade, «Influence of microstructure on impact properties of 9%-18% Cr ODS steels for fusion/fission applications,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 411, pp. 112-118, 2011.
- [149] P. Olier, J. Malaplate, M. H. Mathon, D. Nunes, D. Hamon, L. Toualbi, Y. De Carlan et L. Chaffron, «Chemical and microstructural evolution on ODS Fe-14CrWTi steel during manufacturing stages,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 428, pp. 40-46, 2012.
- [150] A. Karch, «Thèse Ecole nationale supérieure des Mines de Paris : Etude des évolutions microstructurales lors de la transformation à chaud d'aciers ferritiques renforcés par dispersion d'oxydes,» 2014.
- [151] X. Boulnat, N. Sallez, M. Dadé, A. Borbély, J. L. Béchade, Y. De Carlan, J. Malaplate, Y. Bréchet, F. De Geuser, A. Deschamps, P. Donnadieu, D. Fabregue et M. Perez, «Influence of oxide volume fraction on abnormal growth of nanostructured ferritic steels during non-isothermal treatments: a in situ study,» *Acta Materialia*, vol. 97, pp. 124-130, 2015.
- [152] V. Badjeck, M. G. Walls, L. Chaffron, J. Malaplate et K. March, «New insights into the chemical structure of  $Y_2Ti_2O_7-\delta$  nanoparticles in oxide dispersion-strengthened steels designed for sodium fast reactors by electron energy-loss spectroscopy,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 456, pp. 292-301, 2015.
- [153] D. T. Hoelzer, J. Bentley, M. A. Sokolov, M. K. Miller, G. R. Odette et M. J. Alinger, «Influence of particle dispersions on the high-temperature strength of ferritic alloys,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 367/370, pp. 166-172, 2007.

- [154] I. S. Kim, J. D. Hunn, N. Hashimoto, D. J. Larson, P. J. Maziasz, K. Miyahara et E. H. Lee, «Defect and void evolution in oxide dispersion strengthened ferritic steels under 3,2 MeV Fe<sup>+</sup> ion irradiation with simultaneous helium injection,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 280, pp. 264-274, 2000.
- [155] D. J. Larson, P. J. Maziasz, I. S. Kim et K. Miyahara, «Three-dimensional atom probe observation of nanoscale titanium-oxygen clustering in an oxide-dispersion-strengthened Fe-12Cr-3W-0.4Ti + Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ferritic alloy,» *Scripta Materialia*, vol. 44, pp. 359-364, 2001.
- [156] V. De Castro, E. A. Marquis, S. Lozano-Perez, R. Pareja et M. L. Jenkins, «Stability of nanoscale secondary phases in oxide dispersion strengthened Fe-12Cr alloy,» *Acta Materialia*, vol. 59, pp. 3927-3936, 2011.
- [157] E. A. Marquis, «Core/shell structures of oxygen-rich nanofeatures in oxide-dispersion strengthened Fe-Cr alloys,» *Applied Physics Letters*, vol. 93, pp. 1-3, 2008.
- [158] A. A. Aleev, N. A. Iskandarov, M. Klimenkov, R. Lindau, A. Möslang, A. A. Nikitin, S. V. Rogozhkin, P. Vladimirov et A. G. Zaluzhnyi, «Investigation of oxides particles in unirradiated ODS Eurofer by tomographic atom probe,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 409, pp. 65-71, 2011.
- [159] H. Sakasegawa, F. Legendre, L. Boulanger, L. Chaffron, T. Cozzika, J. Malaplate, J. Henry, Y. De Carlan et M. Brocq, «Mechanism of oxide particle evolution in MA957,» *MRS STP Proceeding*, vol. 1125, pp. 25-28, 2009.
- [160] R. Kasada, S. G. Lee, J. Isselin, J. H. Lee, T. Omura, A. Kimura, T. Okuda, M. Inoue, S. Ukai, S. Ohnuki, T. Fujisawa et F. Abe, «Anisotropy in tensile and ductile-brittle transition behavior of ODS ferritic steels,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 417, pp. 180-184, 2011.
- [161] H. Sakasegawa, F. Legendre, L. Boulanger, M. Brocq, L. Chaffron, T. Cozzika, J. Malaplate, J. Henry et Y. De Carlan, «Stability of non-stoichiometric clusters in the MA957 ODS ferritic alloy,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 417, pp. 229-232, 2011.
- [162] S. Yamashita, K. Oka, S. Ohnuki, N. Akasaka et S. Ukai, «Phase stability of oxide dispersion strengthened ferritic steels in neutron irradiation,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 307/311, pp. 283-288, 2002.
- [163] A. Ramar, N. Baluc et R. Schäublin, «On the lattice coherency of oxide particles dispersed in EUROFER97,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 386/388, pp. 515-519, 2009.
- [164] X. Boulnat, «Thèse Institut National des Sciences Appliquées de Lyon : FAST high-temperature consolidation of Oxide-Dispersion Strengthened (ODS) steels: process, microstructure, precipitation, properties,» 2014.
- [165] M. Brocq, B. Radiguet, J. M. Le Breton, F. Cuvilly, P. Pareige et F. Legendre, «Nanoscale characterisation and clustering in an Fe-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> model ODS alloy processed by reactive ball milling and annealing,» *Acta Materialia*, vol. 58, pp. 1806-1814, 2010.

- [166] P. Unifantowicz, T. Plocinski, C. A. Williams, R. Schaüblin et N. Baluc, «Structure of complex oxide nanoparticles in a Fe-14Cr-2W-0.3Ti-0.3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ODS RAF steel,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 442, pp. 158-163, 2013.
- [167] M. K. Miller, K. F. Russell et D. T. Hoelzer, «Characterization of precipitates in MA/ODS ferritic alloys,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 351, pp. 261-268, 2006.
- [168] M. Klimiankou, R. Lindau et A. Möslang, «TEM characterization of structure and composition of nanosized ODS particles in reduced activation ferritic-martensitic steels,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 329/333, pp. 347-351, 2004.
- [169] M. Brocq, B. Radiguet, S. Poissonnet, F. Cuvilly, P. Pareige et F. Legendre, «Nanoscale characterization and formation mechanism of nanoclusters in an ODS steel elaborated by reactive-inspired ball-milling and annealing,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 409, pp. 80-85, 2011.
- [170] S. Yamashita, S. Ohtsuka, N. Akasaka, S. Ukai et S. Ohnuki, «Formation of nanoscale complex oxide particles in mechanically alloyed ferritic steel,» *Philosophical Magazine Letters*, vol. 84, pp. 525-529, 2004.
- [171] W. G. Mumme et A. D. Wadsley, «The structure of orthorhombic Y<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub>, an example of mixed seven- and fivefold coordination,» *Acta Crystallographica B*, vol. 24, pp. 1327-1333, 1968.
- [172] C. Cayron, A. Montani, D. Venet et Y. De Carlan, «Identification of new phases in annealed Fe-18CrWTi ODS powder,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 399, pp. 219-224, 2010.
- [173] J. L. Boutard, V. Badjeck, L. Barguet, C. Barouh, A. Bhattacharya, Y. Colignon, C. H. M. Loyer-Prost, A. L. Rouffié, N. Sallez, H. Salmon-Legagneur et T. Schuler, «Oxide dispersion strengthened ferritic steels: a basic research joint program in France,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 455, pp. 605-611, 2014.
- [174] J. Ribis et Y. De Carlan, «Interfacial strained structure and orientation relationships of the nanosized oxide particles deduced from elasticity-driven morphology in oxide dispersion strengthened materials,» *Acta Materialia*, vol. 60, pp. 238-252, 2012.
- [175] S. Lozano-Perez, V. De Castro Bernal et R. J. Nicholls, «Achieving sub-nanometre particle mapping with energy-filtered TEM,» *Ultramicroscopy*, vol. 109, pp. 1217-1228, 2009.
- [176] A. Hirata, T. Fujita, Y. R. Wen, J. H. Schneibel, C. T. Liu et M. W. Chen, «Atomic structure of nanoclusters in oxide-dispersion-strengthened steels,» *Nature Materials*, vol. 10, pp. 922-926, 2011.
- [177] A. Hirata, T. Fujita, C. T. Liu et M. W. Chen, «Characterization of oxide nanoprecipitates in an oxide dispersion strengthened 14YWT steel using aberration-corrected STEM,» *Acta Materialia*, vol. 60, pp. 5676-5696, 2012.

- [178] C. A. Williams, E. A. Marquis, A. Cerezo et G. D. W. Smith, «Nanoscale characterisation of ODS-Eurofer 97 steel: An atom-probe tomography study,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 400, pp. 37-45, 2010.
- [179] C. A. Williams, P. Unifantowicz, N. Baluc, G. D. W. Smith et E. A. Marquis, «The formation and evolution of oxide particles in oxide-dispersion-strengthened ferritic steels during processing,» *Acta Materialia*, vol. 61, pp. 2219-2235, 2013.
- [180] A. J. London, S. Santra, S. Amirthapandian, B. K. Panigrahi, R. M. Sarguna, S. Balaji, R. Vijay, C. S. Sundar, S. Lozano-Perez et C. R. M. Grovenor, «Effect of Ti and Cr on dispersion, structure and composition of oxide nano-particles in model ODS alloys,» *Acta Materialia*, vol. 97, pp. 223-233, 2015.
- [181] M. Klimiankou, R. Lindau et A. Möslang, «HRTEM study of yttrium oxide particles in ODS steels for fusion reactor application,» *Journal of Crystal Growth*, vol. 249, pp. 381-387, 2003.
- [182] D. Bhattacharyya, P. Dickerson, G. R. Odette, S. A. Maloy, A. Misra et M. A. Natasi, «On the structure and chemistry of complex oxide nanofeatures in nanostructured ferritic alloy U14YWT,» *Philosophical Magazine*, vol. 92, pp. 2089-2107, 2012.
- [183] J. Ciston, Y. Wu, G. R. Odette et P. Hosemann, «The structure of nanoscale precipitates and precipitate interfaces in an oxide dispersion strengthened steel,» *Fusion materials semiannual progress report for the period ending*, vol. 51, pp. 6-8, 2001.
- [184] M. C. Brandes, L. Kovarik, M. K. Miller et M. J. Mills, «Morphology, structure, and chemistry of nanoclusters in a mechanically alloyed nanostructured ferritic steel,» *Journal of Materials Science*, vol. 47, pp. 3913-3923, 2012.
- [185] P. Krautwasser, A. Czyrska-Filemonowicz, M. Widera et F. Carsughi, «Thermal stability of dispersoids in ferritic oxide-dispersion strengthened alloys,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 177, pp. 199-208, 1994.
- [186] S. Y. Zhong, J. Ribis, V. Klosek, Y. De Carlan, N. Lochet, V. Ji et M. H. Mathon, «Study of thermal stability of nanoparticle distributions in an oxide dispersion strengthened (ODS) ferritic alloys,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 428, pp. 154-159, 2012.
- [187] M. K. Miller, D. T. Hoelzer, E. A. Kenik et K. F. Russell, «Nanometer scale precipitation in ferritic MA/ODS alloys MA957,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 329/333, pp. 338-341, 2004.
- [188] M. K. Miller, D. T. Hoelzer, E. A. Kenik et K. F. Russell, «Stability of ferritic MA/ODS alloy at high temperature,» *Intermetallics*, vol. 13, pp. 387-392, 2005.
- [189] N. Cunningham, Y. Wu, D. Klingensmith et G. R. Odette, «On the remarkable thermal stability of nanostructured ferritic alloys,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 613, pp. 296-305, 2014.



- [190] M. J. Alinger, «Thèse université de Californie: On the formation and stability of nanometer scale precipitates in ferritic alloys during processes and high temperature service,» 2004.
- [191] L. Barnard, N. Cunningham, G. R. Odette, I. Szlufarska et D. Morgan, «Thermodynamic and kinetic modeling of oxide precipitation in nonastructured ferritics alloys,» *Acta Materialia*, vol. 91, pp. 340-354, 2015.
- [192] P. Miao, G. R. Odette, T. Yamamoto, M. Alinger et D. Klingensmith, «Thermal stability of nano-structured ferritic alloy,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 377, pp. 59-64, 2008.
- [193] S. Y. Zhong, «Thèse Université Paris-Sud : Etude des évolutions microstructurales à haute température en fonction des teneurs initiales en Y, Ti et O et, de leur incidence sur les hétérogénéités de déformation dans les aciers ODS Fe-14Cr1W,» 2012.
- [194] G. A. J. Hack, «Developments in the production of oxide dispersion strengthened superalloys,» *Powder Metallurgy*, vol. 27, pp. 73-79, 1984.
- [195] D. Weygand, Y. Bréchet et J. Lépinoux, «Zener pinning and grain growth: a two dimensional vertex computer simulation,» *Acta Materialia*, vol. 47, pp. 961-970, 1999.
- [196] J. D. Robson, D. T. Henry et B. Davis, «Particle effects on recrystallization in magnesium-manganese alloys: Particle pinning,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 528, pp. 4239-4247, 2011.
- [197] H. K. D. H. Bhadeshia, «Recrystallization of practical mechanically alloyed iron-base and nickel-base superalloys,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 223, pp. 64-77, 1997.
- [198] C. L. Chen, G. J. Tatlock et A. R. Jones, «Effect of strain heterogeneity on the recrystallization behavior of an oxide dispersion strengthened ferritic alloy,» *Materials Science Forum*, vol. 638/642, pp. 3833-3838, 2010.
- [199] Y. L. Chen, A. R. Jones, R. C. Pond et U. Miller, «The microstructure and recrystallization of flow-formed oxide-dispersion-strengthened ferritic alloy: Part II: Recrystallization behavior,» *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 33, pp. 3787-3794, 2002.
- [200] C. Capdevilla et H. K. D. H. Bhadeshia, «Influence of deformation on recrystallization of an yttrium oxide dispersion-strengthened iron alloy (PM2000),» *Advanced Engineering Materials*, vol. 4, pp. 232-237, 2003.
- [201] H. Réglé et A. Alamo, «Secondary recrystallization of oxide dispersion strengthened ferritic alloys,» *Journal de Physique IV*, vol. 3, pp. 727-730, 1993.
- [202] J. C. Brachet, V. Lambard et A. Alamo, «Studies of phase transformations occurring in conventional, Low Activation (LA) and Oxide Dispersion Strengthened (ODS) 7-11%Cr-(Mo, W, V, Nb, Ta) martensitic steels,» chez *Proceedings of the Int. Conf. on Solid-solid Phase Transformations*, Kyoto, 1999.

- [203] M. R. Staker et D. L. Holt, «The dislocation cell size and dislocation density in copper deformed at temperatures between 25 and 700°C,» *Acta Metallurgica*, vol. 20, pp. 569-579, 1972.
- [204] M. H. Mathon, M. Perrut, S. Y. Zhong et Y. De Carlan, «Small angle neutron scattering study of martensitic/ferritic ODS alloys,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 428, pp. 147-153, 2012.
- [205] M. K. Miller, E. A. Kenik, K. F. Russell, L. Heartherly, D. T. Hoelzer et P. J. Maziasz, «Atom probe tomography of nanoscale particles in ODS ferritic alloys,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 353, pp. 140-145, 2003.
- [206] C. Zakine, C. Prioul, A. Alamo et D. Francois, «Plasticity of oxide dispersion strengthened ferritic alloys,» *Journal de Physique IV*, vol. 3, pp. 591-596, 1993.
- [207] J. Varriot, «Chaudronnerie en aciers inoxydables,» *Techniques de l'ingénieur*, n°A 869, 1988.
- [208] Z. Amy, «Thèse université Mouloud NAMMERI de Tizi-Ouzou : Caractérisation de l'acier inoxydable X5CrNi18-10 et étude de son oxydation à température,» 2013.
- [209] V. Lambard, «Thèse Université Paris Sud, UFR Scientifique d'Orsay : Développement d'une nouvelle nuance martensitique ODS pour l'utilisation sous rayonnement à haute température,» 2000.
- [210] S. Ukai, T. Okuda, M. Fujiwara, T. Kobayashi, S. Mizuta et H. Nakashima, «Characterization of high temperature creep properties in recrystallized 12Cr-ODS steel claddings,» *Journal of Nuclear Science and Technology*, vol. 39, pp. 872-879, 2002.
- [211] C. A. Danon, T. Guilbert et J. C. Brachet, «Kinetics of the austenite-ferrite phase transformation in 9%Cr low activation martensitic steels,» chez *Proceedings of The New Developments on Metallurgy and Applications of High Strength Steel*, Buenos Aires, 2008.
- [212] S. Y. Zhong, J. Ribis, N. Lochet, Y. De Carlan, V. Klosek et M. H. Mathon, «Influence of nano-particle coherency degree on the coarsening resistivity of nano-oxide particles of Fe-14Cr-1W ODS alloys,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 455, pp. 618-623, 2014.
- [213] S. Guessasma, E. Suzon, T. Grosdidier et F. Wagner, «Static recrystallization in an ODS FeAl alloy: The effect of particles on texture and anisotropic grain growth developments,» *Intermetallics*, vol. 16, pp. 1013-1025, 2008.
- [214] U. F. Kocks, C. N. Tomé et H. R. Wenk, «Texture and anisotropy,» Cambridge University Press, Cambridge, 1998.
- [215] N. Sallez, «Thèse de l'Université de Grenoble : Recrystallization, abnormal grain growth and ultrafine microstructure of ODS ferritic steels,» 2014.
- [216] K. Dawson, S. J. Haigh, G. J. Tatlock et A. R. Jones, «Nano-particle precipitation in mechanically alloyed and annealed precursor powders of legacy PM2000 ODS alloy,» *Journal of Nuclear*

- Materials*, vol. 464, pp. 200-209, 2015.
- [217] V. De Castro, J. M. Garcés-Usan, T. Leguey et R. Pareja, «Tensile and fracture characteristics of oxide dispersion strengthened Fe-12Cr produced by hot isostatic pressing,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 442, pp. S119-S123, 2013.
- [218] A. Ramar, P. Spätig et R. Schaublin, «Analysis of high temperature deformation mechanism in ODS EUROFER97 alloy,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 382, pp. 210-216, 2008.
- [219] X. Averty, Communication privée, 2009.
- [220] R. Lindau, A. Möslang, M. Schirra, P. Schlossmacher et M. Klimenkov, «Mechanical and microstructural properties of a hiped RAFM ODS-steel,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 307/311, pp. 769-772, 2002.
- [221] U. E. Klotz, R. P. Mason, E. Göhring et E. Arzt, «High-temperature creep in a coarse-grained oxide-dispersion strengthened Ni<sub>3</sub>Al alloy,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 231, pp. 198-205, 1997.
- [222] S. Ukai, T. Nishida, T. Okuda et T. Yoshitake, «R&D of oxide dispersion strengthened ferritic martensitic steels for FBR,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 258/263, pp. 1745-1749, 1998.
- [223] A. Steckmeyer, V. H. Rodrigo, J. M. Gentzbittel, V. Rabeau et B. Fournier, «Tensile anisotropy and creep properties of a Fe-14CrWTi ODS ferritic steel,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 426, pp. 182-188, 2012.
- [224] M. E. Kassner, «Fundamentals of creep in metals and alloys,» Elsevier, 2009.
- [225] F. C. Monkman et N. J. Grant, «An empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep-rupture tests,» *Proceeding - American Society for Testing Materials*, vol. 56, pp. 593-605, 1956.
- [226] F. Dobes et K. Milicka, «The relation between minimum creep rate and time to fracture,» *Metal Science*, vol. 10, pp. 382-384, 1976.
- [227] D. C. Dunand, B. Q. Han et A. M. Jansen, «Monkman-Grant analysis of creep fracture in dispersion-strengthened and particulate-reinforced aluminium,» *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 30, pp. 829-838, 1999.
- [228] F. Dobes et K. Milicka, «On the Monkman-Grant relation for small punch test data,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 336, pp. 245-248, 2002.
- [229] H. O. Ali et M. N. Tamin, «Modified Monkman-Grant relationship for austenitic stainless steel foils,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 433, pp. 74-79, 2013.
- [230] E. Isaac Samuel, B. K. Choudhary, D. P. Rao Palaparti et M. D. Mathew, «Creep deformation and

- rupture behaviour of P92 steel at 923K,» *Procedia Engineering*, vol. 55, pp. 64-69, 2013.
- [231] J. H. Kim, T. S. Byun et D. T. Hoelzer, «Tensile fracture characteristics of nanostructured ferritic alloy 14YWT,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 407, pp. 143-150, 2010.
- [232] J. H. Kim, T. S. Byun et D. T. Hoelzer, «High temperature deformation mechanisms of nano-structured ferritic alloys in the context of internal variable theory of inelastic deformation,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 442, pp. 458-462, 2013.
- [233] T. S. Byun, J. H. Kim, J. H. Yoon et D. T. Hoelzer, «High temperature fracture characteristics of a nanostructured ferritic alloy (NFA),» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 407, pp. 78-82, 2010.
- [234] J. M. Gentzbittel et J. Calapez, Communication privée, 2012.
- [235] D. François, «Essais mécaniques des métaux : Essais de dureté,» *Techniques de l'ingénieur*, n°M 123, 2005.
- [236] M. Inoue, T. Muroga, A. Nishimura et O. Motojima, «Correlation between microstructure and hardness of a low activation ferritic steel (JLF-1) weld joint,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 258/263, pp. 1248-1252, 1998.
- [237] D. K. Mukhopadhyay, F. H. Froes et D. S. Gelles, «Development of oxide dispersion strengthened ferritic steels for fusion,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 258/263, pp. 1209-1215, 1998.
- [238] H. Zhu, T. Wei, R. Harrison, L. Edwards et K. Maruyama, «Developement of oxide dispersion strengthened steels for high temperature nuclear structural applications,» chez *Engineering asset management and infrastructure sustainability: Proceedings of the 5th World Congress on Engineering Asset Management*, 2010.
- [239] O. D. Sherby et E. M. Taleff, «Influence of grain size, solute atoms and second-phase particles on creep behavior of polycrystalline solids,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 322, pp. 89-99, 2002.
- [240] N. Tsuchida, H. Masuda, Y. Harada, K. Fukaura, Y. Tomota et K. Nagai, «Effect of ferrite grain size on tensile deformation behavior of a ferrite-cementite low carbon steel,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 488, pp. 446-452, 2008.
- [241] D. Wu, J. Zhang, J. C. Huang, H. Bei et T. G. Neih, «Grain-boundary strengthening in nanocrystalline chromium and the Hall-Petch coefficient of body-centered cubic metals,» *Scripta Materialia*, vol. 68, pp. 118-121, 2013.
- [242] M. E. Kassner et X. Li, «The effect of grain size on the elevated temperature yield strength of polycrystalline aluminium,» *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 25, pp. 2833-2838, 1991.
- [243] B. W. Baker, T. R. McNelley et L. N. Brewer, «Grain size and particle dispersion effects on the tensile behavior of friction stir welded MA956 oxide dispersion strengthened steel from low to

- elevated temperatures,» *Materials Science & Engineering A*, vol. 589, pp. 217-227, 2014.
- [244] P. Susila, D. Sturm, M. Heilmaier, B. S. Murty et V. Subramanya Sarma, «Effect of yttria particle size on the microstructure and compression creep properties of nanostructured oxide dispersion strengthened ferritic (Fe-12Cr-2W-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) alloy,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 528, pp. 4579-4584, 2011.
- [245] S. Ukai, S. Mizuta, T. Yoshitake, T. Okuda, M. Fujiwara, S. Hagi et T. Kobayashi, «Tube manufacturing and characterization of oxide dispersion strengthened ferritic steels,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 283/287, pp. 702-706, 2000.
- [246] G. Fribourg, Y. Bréchet, A. Deschamps et A. Simar, «Microstructure-based modeling of isotropic and kinematic strain hardening in a precipitation-hardened aluminium alloy,» *Acta Materialia*, vol. 59, pp. 3621-3635, 2011.
- [247] S. Esmaili, L. M. Cheng, A. Deschamps, D. J. Lloyd et W. J. Poole, «The deformation behaviour of AA6111 as a function of temperature and precipitation state,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 319/321, pp. 461-465, 2001.
- [248] D. Bardel, «Thèse Institut National des Sciences Appliquées de Lyon : Rôle de la microstructure d'un alliage à durcissement structural sur son comportement et sa tenue mécanique sous sollicitations cycliques après un transitoire thermique,» 2014.
- [249] D. Caillard, «Dynamic strain ageing in iron alloys: the screening properties of carbon,» *A paraître*.
- [250] J. Malaplate, F. Momprou, J. L. Béchade, T. Van Den Berghe et M. Ratti, «Creep behavior of ODS materials : A study of dislocations/precipitates interactions,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 417, pp. 205-208, 2011.
- [251] M. Bartsch, A. Wasilkowska, A. Czyrska-Filemonowicz et U. Messerschmidt, «Dislocation dynamics in the oxide dispersion strengthened alloy INCOLOY MA956,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 272, pp. 152-162, 1999.
- [252] A. Wasilkowska, M. Bartsch, U. Messerschmidt, R. Herzog et A. Czyrska-Filemonowicz, «Creep mechanisms of ferritic oxide dispersion strengthened alloys,» *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 133, pp. 218-224, 2003.
- [253] Y. S. Choi, D. H. Kim, S. H. Kim, S. H. Kang, J. Jang, H. N. Han et K. H. Oh, «In situ microstructure evolution of oxide dispersion strengthened ferritic steel under uniaxial deformation,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 428, pp. 98-102, 2012.
- [254] M. Praud, F. Momprou, J. Malaplate, D. Caillard, J. Garnier, A. Steckmeyer et B. Fournier, «Study of the deformation mechanisms in a Fe-14%Cr ODS alloys,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 428, pp. 90-97, 2012.

- [255] D. Caillard et J. Bonneville, «Dynamic strain aging caused by a new Peierls mechanism at high-temperature in iron,» *Scripta Materialia*, vol. 95, pp. 15-18, 2015.
- [256] L. Kubin, K. Chihab et Y. Estrin, «The rate dependence of the Portevin-Le Chatelier effect,» *Acta Metallurgica*, vol. 36, pp. 2707-2718, 1988.
- [257] D. Caillard, «Yield-stress anomalies and high-temperature mechanical properties of intermetallics and disordered alloys,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 319/321, pp. 74-83, 2001.
- [258] K. Bouabdallah, «Thèse de l'Université de Ferhat Abbas : Caractérisation de l'effet Portevin-Le Chatelier dans les alliages aluminium magnésium - Apport des techniques d'analyse d'images,» 2006.
- [259] H. Wang, «Thèse de l'Ecole Centrale de Paris : Comportement mécanique et rupture des aciers au C-Mn en présence de vieillissement dynamique,» 2011.
- [260] D. Häussler, M. Bartsch, U. Messerschmidt et B. Reppich, «HVTEM in situ observations of dislocation motion in the oxide dispersion strengthened superalloy MA 754,» *Acta Materialia*, vol. 49, pp. 3647-3657, 2001.
- [261] L. M. Brown et R. K. Ham, «Strengthening Methods in crystals,» Elsevier, 1971.
- [262] P. Lagneborg, «Bypassing of dislocations past particles by a climb mechanism,» *Scripta Metallurgica*, vol. 7, pp. 605-614, 1973.
- [263] V. C. Nardone, D. E. Matejczyk et J. K. Tien, «The threshold stress and departure side pinning of dislocations by dispersoids,» *Acta Metallurgica*, vol. 32, pp. 1509-1517, 1984.
- [264] J. Rösler et E. Arzt, «A new model-based creep equation for dispersion strengthened materials,» *Acta Materialia*, vol. 38, pp. 671-683, 1990.
- [265] A. Yoshizawa, T. Fujita, F. Yoshida et H. Nakashima, «Dispersion hardening mechanism of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dispersed ferritic steel at high temperature,» *Tetsu To Hagane*, vol. 82, pp. 865-869, 1996.
- [266] Y. Sugino, S. Ukai, B. Leng, Q. Tang, S. Hayashi, T. Kaito et S. Ohtsuka, «Grain boundary deformation at high temperature tensile tests in ODS ferritic steel,» *ISIJ International*, vol. 51, pp. 982-986, 2011.
- [267] J. J. Blandin et M. Suery, «Superplasticité,» *Techniques de l'ingénieur*, n°M 613, 1996.
- [268] Q. H. Bui, «Thèse de l'Université de Paris XIII : Polycristaux à grains ultrafins élaborés par métallurgie des poudres : microstructure, propriétés mécaniques et modélisation micromécanique,» 2008.
- [269] H. Masuda, S. Taniguchi, E. Sato, Y. Sugino et S. Ukai, «Two-dimensional observation of grain boundary sliding of ODS ferritic steel in high temperature tension,» *Materials Transactions*, vol.

55, pp. 1599-1605, 2014.

- [270] Y. Sugino, S. Ukai, B. Leng, N. Oono, S. Hayashi, T. Kaito et S. Ohtsuka, «Grain boundary related deformation in ODS ferritic steel during creep test,» *Materials Transactions*, vol. 53, pp. 1753-1757, 2012.
- [271] Y. Sugino, S. Ukai, N. Oono, S. Hayashi, T. Kaito, S. Ohtsuka, H. Masuda, S. Taniguchi et E. Sato, «High temperature deformation mechanism of 15CrODS ferritic steels at cold-rolled and recrystallized conditions,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. In Press, pp. 1-5, 2015.
- [272] S. Vorberg, B. Fischer, R. Völkl, U. Glatzel et D. Lupton, «Microstructural evolution during creep of oxide dispersion hardened platinum materials,» chez *28th International Precious Metals Conference*, Phoenix, 2004.
- [273] B. Wilshire et T. D. Lieu, «Deformation and damage processing during creep of incoloy MA957,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 386, pp. 81-90, 2004.
- [274] B. Wilshire et H. Burt, «Damage evolution during creep of steels,» *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, vol. 85, pp. 47-54, 2008.
- [275] R. W. Evans, J. A. Preston, B. Wilshire et E. A. Little, «Creep and creep fracture of an oxide-dispersion-strengthened 13% chromium ferritic steel,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 167, pp. 65-72, 1993.
- [276] K. Shinozuka, M. Tamura, H. Esaka, K. Shiba et K. Nakamura, «Creep behavior of oxide dispersion strengthened 8Cr-2WVTa and 8Cr-1W steels,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 384, pp. 1-5, 2009.
- [277] K. Shinozuka, H. Esaka, M. Tamura et H. Tanigawa, «Microstructural behavior of 8Cr-ODS martensitic steels during creep deformation,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 417, pp. 233-236, 2011.
- [278] M. C. Fivel, C. F. Robertson, G. R. Canova et L. Boulanger, «Three-dimensional modeling of indent-induced plastic zone at mesoscale,» *Acta Materialia*, vol. 46, pp. 6183-6194, 1998.
- [279] L. Ventelon, F. Willaime, E. Clouet et D. Rodney, «Ab initio investigation of the Peierls potential of screw dislocations in bcc Fe and W,» *Acta Materialia*, vol. 61, pp. 3973-3985, 2013.
- [280] D. François, A. Pineau et A. Zaoui, «Comportement mécaniques des matériaux : Elasticité et plasticité,» Lavoisier, Paris, 2009.
- [281] J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet et P. Combrade, «Métallurgie : Du minerai au matériau,» Edition Dunod, 2002.
- [282] D. Bardel, M. Perez, D. Nelias, A. Deschamps, C. R. Hutchinson, D. Maisonnette, T. Chaise, J. Garnier et F. Bourlier, «Coupled precipitation and yield strength modelling for non-isothermal



- treatments of a 6061 aluminium alloy,» *Acta Materialia*, vol. 62, pp. 129-140, 2014.
- [283] R. Labush, «A statistical theory of solid solution hardening,» *Physica Status Solidi (b)*, vol. 41, pp. 659-669, 1970.
- [284] P. Susila, D. Sturm, M. Heilmaier, B. S. Murty et V. S. Sarma, «Microstructural studies on nanocrystalline oxide dispersion strengthened austenitic (Fe-18Cr-8Ni-2W-0,25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) alloy synthesized by high energy ball milling and vacuum hot pressing,» *Journal of Materials Science*, vol. 45, pp. 4858-4865, 2010.
- [285] H. Mecking et U. F. Kocks, «Kinetics of flow and strain-hardening,» *Acta Metallurgica*, vol. 29, pp. 1865-1875, 1981.
- [286] Y. Estrin et H. Mecking, «A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models,» *Acta Metallurgica*, vol. 32, pp. 57-70, 1984.
- [287] K. Takeda, N. Nakada, T. Tsuchiyama et A. Takaki, «Effect of interstitial elements on Hall-Petch coefficient of ferritic iron,» *ISIJ International*, vol. 48, pp. 1122-1125, 2008.
- [288] J. W. Morris Jr., «The influence of grain size on the mechanical properties of steel,» Lawrence Berkeley National Laboratory, 2001.
- [289] E. Piozin, «Thèse Ecole nationale supérieure des Mines de Paris : Influence des traitements thermomécaniques sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques d'un acier à 9%Cr (Grade 91),» 2015.
- [290] D. G. Morris et A. M.-M. M. I. Gutierrez-Urrutia, «Analysis of strengthening mechanisms in a severely-plastically-deformed Al-Mg-Si alloy with submicron grain size,» *Journal of Materials Science*, vol. 42, pp. 1439-1443, 2007.
- [291] H. K. D. H. Bhadeshia, «Bainite in steels,» The Institute of Materials, 1992.
- [292] H. Qiu, R. Ito et K. Hiraoka, «Role of grain size on the strength and ductile-brittle transition temperature in the dual-sized ferrite region of the heat-affected zone of ultra-fine grained steel,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 435/436, pp. 648-652, 2006.
- [293] Z. Dapeng, L. Yong, L. Feng, W. Yuren, Z. Liujie et D. Yuhai, «ODS ferritic steel engineered with bimodal grain size for high strength and ductility,» *Materials Letters*, vol. 65, pp. 1672-1674, 2011.
- [294] W. Voigt, «Lehrbuch der krystallophysik,» B. G. Teubner, 1910.
- [295] A. Reuss, «Berechnung der Fließgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingung für Einkristalle,» *Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik*, vol. 9, pp. 49-58, 1929.
- [296] A. Afshar et A. Simchi, «Flow stress dependence on the grain size in alumina dispersion-strengthened copper with a bimodal grain size distribution,» *Materials Science and Engineering*

- A, vol. 518, pp. 41-46, 2009.
- [297] B. Srinivasarao, K. Ohi-ishi, T. Okhubo et K. Hono, «Bimodally grained high-strength Fe fabricated by mechanical alloying and spark plasma sintering,» *Acta Materialia*, vol. 57, pp. 3277-3286, 2009.
- [298] J. H. Schneibel et M. Heilmaier, «Hall-Petch breakdown at elevated temperature,» *Materials Transactions*, vol. 55, pp. 44-51, 2014.
- [299] W. Blum et X. H. Zeng, «Corrigendum to "A simple dislocation model of deformation resistance of ultrafine-grained materials explaining Hall-Petch strengthening and enhanced strain rate sensitivity,» *Acta Materialia*, vol. 59, pp. 6205-6206, 2011.
- [300] B. Dubost et P. Sainfort, «Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium,» *Techniques de l'ingénieur*, n°M 240, 1991.
- [301] F. Momprou, «Arc, corde, tension de ligne,» [En ligne]. Available: [http://momprou.free.fr/wiki/index.php?title=Arc%2C\\_corde\\_et\\_tension\\_de\\_ligne](http://momprou.free.fr/wiki/index.php?title=Arc%2C_corde_et_tension_de_ligne).
- [302] H. Sakasegawa, L. Chaffron, F. Legendre, M. Brocq, L. Boulanger, S. Poissonnet, Y. De Carlan, J. L. Béchade, T. Cozzika et J. Malaplate, «Evaluation of threshold stress of the MA957 ODS ferritic alloy,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 386/388, pp. 511-514, 2009.
- [303] T. Tanno, S. Ohtsuka, Y. Yano, T. Kaito, Y. Oba, M. Ohnuma, S. Koyama et K. Tanaka, «Evaluation of mechanical properties and nano-meso structures of 9-11%Cr ODS steels,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. In Press, 2013.
- [304] D. J. Bacon, U. F. Kocks et R. O. Scattergood, «The effect of dislocation self-interaction on the Orowan stress,» *Philosophical Magazine*, vol. 28, pp. 1241-1263, 1973.
- [305] B. Reppich, «On the attractive particle-dislocation interaction in dispersion-strengthened material,» *Acta Materialia*, vol. 46, pp. 61-67, 1998.
- [306] U. F. Kocks, «Thermodynamics and kinetics of slip,» *Progress in Materials Science*, vol. 19, 1975.
- [307] T. J. Koppenaal et D. Kuhlmann-Wilsdorf, «The effect of prestressing on the strength of neutron-irradiated copper single crystals,» *Applied Physics Letters*, vol. 4, pp. 59-61, 1964.
- [308] A. De Vaucorbeil, W. J. Poole et C. W. Sinclair, «The superposition of the strengthening contributions in engineering alloys,» *Materials Science & Engineering A*, vol. 582, pp. 147-154, 2013.
- [309] S. Queyreau, G. Monnet et B. Devincere, «Orowan strengthening and forest hardening superposition examined by dislocation dynamics simulations,» *Acta Materialia*, vol. 58, pp. 5586-5595, 2010.

- [310] M. C. Brandes, L. Kovaric, M. K. Miller, G. S. Daehn et M. J. Mills, «Creep behavior and deformation mechanisms in a nanocluster strengthened ferritic steel,» *Acta Materialia*, vol. 60, pp. 1827-1839, 2012.
- [311] M. Dadé, J. Malaplate, J. Garnier, F. De Geuser, N. Lochet et A. Deschamps, «Influence of consolidation methods on the recrystallization of a Fe-14Cr based ODS steel,» en cours.